

## 明 細 書

### 表面被覆超硬合金製切削工具、及びその製造方法

#### 技術分野

[0001] この発明は、各種の鋼や鋳鉄などの鉄鋼材料、さらにAl合金やCu合金などの非鉄材料の切削加工を、特に高速で行なった場合にも、潤滑性非晶質炭素系被膜がすぐれた耐摩耗性を発揮する表面被覆超硬合金製切削工具(以下、被覆超硬工具という)に関するものである。

また、この発明は、表面被覆層がすぐれた高温硬さと耐熱性、さらにすぐれた高温強度に加えて、すぐれた潤滑性を有し、したがって特に各種のAlおよびAl合金やCuおよびCu合金、さらにTiおよびTi合金などの非鉄材料の切削加工を、特に高熱発生を伴う高速で、かつ高い機械的衝撃を伴う高切り込みや高送りなどの重切削条件で行なった場合に、表面被覆層にチッピング(微小欠け)などの発生なく、すぐれた耐摩耗性を発揮する被覆超硬工具に関するものである。

本願は、2004年1月30日に出願された特願2004-22535号、2004年5月17日に出願された特願2004-146397号、同日に出願された特願2004-146398号、及び2004年7月21日に出願された特願2004-212896号に対し優先権を主張し、それらの内容をここに援用する。

#### 背景技術

[0002] 一般に、被覆超硬工具として、各種の鋼や鋳鉄などの鉄鋼材料、さらにAl合金やCu合金などの非鉄材料の旋削加工や平削り加工にバイトの先端部に着脱自在に取り付けて用いられるスローアウェイチップ、穴あけ切削加工などに用いられるドリルやミニチュアドリル、さらに面削加工や溝加工、肩加工などに用いられるソリッドタイプのエンドミルなどがあり、また前記スローアウェイチップを着脱自在に取り付けて前記ソリッドタイプのエンドミルと同様に切削加工を行うスローアウェイエンドミル工具などが知られている。

[0003] また、上記の被覆超硬工具として、

(a)炭化タングステン(以下、WCで示す)基超硬合金または炭窒化チタン(以下、T

iCNで示す)系サーメットからなる超硬基体の表面に、

(b)スパッタリング装置にて、カソード電極(蒸発源)としてTiターゲットを用い、窒素とArの混合ガス、または炭化水素の分解ガスと窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気中で形成された、窒化チタン(以下、TiNで示す)層および炭窒化チタン(以下、TiCNで示す)層のいずれか、または両方からなり、かつ0.1~3 $\mu$ mの平均層厚を有する密着接合層を介して、

(c)スパッタリング装置にて、カソード電極(蒸発源)として、WCターゲットを用い、炭化水素の分解ガスとArの混合ガスからなる反応雰囲気中で形成され、オージェ分光分析装置で測定して、

W:5~20原子%、

を含有し、残りが炭素と不可避不純物からなる組成を有し、かつ1~13 $\mu$ mの平均層厚を有する潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成してなる、被覆超硬工具が知られている。

[0004] さらに、上記の従来被覆超硬工具が、例えば図5Aに概略平面図で、図5Bに概略正面図で示される通り、カソード電極(蒸発源)がTiターゲットのスパッタリング装置と、カソード電極(蒸発源)がWCターゲットのスパッタリング装置を備えた蒸着装置に上記の超硬基体を装入し、ヒータで装置内を、例えば300℃の温度に加熱した状態で、装置内に反応ガスとして窒素とArを、例えば窒素流量:200sccm、Ar流量:300sccmの割合で導入して、例えば1Paの窒素とArの混合ガス、または例えばC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>(炭化水素)と窒素とArを、例えばC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>流量:40sccm、窒素流量:200sccm、Ar流量:300sccmの割合で導入して、同じく1PaのC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>の分解ガスと窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気とし、Tiターゲットのカソード電極(蒸発源)には出力:12kW(周波数:40kHz)のスパッタ電力を印加し、一方上記超硬基体には、例えば-100Vのバイアス電圧を印加した条件でグロー放電を発生させ、前記超硬基体の表面に、所定層厚のTiN層およびTiCN層のいずれか、または両方からなる密着接合層を形成し、ついで例えば装置内の加熱温度を200℃とした状態で、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>などの炭化水素とArを、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>流量:40~80sccm、Ar流量:250sccmの割合で導入して、前記窒素とArの混合ガス、または前記メタンの分解ガスと窒素とArの混合ガスからなる反応雰

囲気を、例えば1Paの炭化水素の分解ガスとArの混合ガスからなる反応雰囲気に変え、例えば上記超硬基体に印加するバイアス電圧を-20Vとし、WCターゲットのカソード電極(蒸発源)には出力:4-6kW(周波数:40kHz)のスパッタ電力を印加した条件で、上記密着接合層の上に、所定層厚の潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成することにより製造されることも知られている(特開平07-164211号公報、及び特表2002-513087号公報参照)。

[0005] また、特に上記の非鉄材料からなる被削材の切削加工に用いられる被覆超硬工具として、炭化タングステン(以下、WCで示す)基超硬合金または炭窒化チタン(以下、TiCNで示す)基サーメットで構成された超硬基体の表面に、

(a) 下部層として、1.5-10  $\mu\text{m}$ の平均層厚を有し、かつ組成式:  $(\text{Ti}_{1-Z}\text{Al}_Z)\text{N}$  (ただし、原子比で、Zは0.40-0.60を示す)を満足するTiとAlの複合窒化物[以下、 $(\text{Ti}, \text{Al})\text{N}$ で示す]層からなる硬質層、

(b) 上部層として、1-10  $\mu\text{m}$ の平均層厚を有し、かつスパッタリング装置にて、カソード電極(蒸発源)として、WCターゲットを用い、炭化水素の分解ガスとArの混合ガスからなる反応雰囲気で形成され、オージェ分光分析装置で測定して、

W:5-20原子%、

を含有し、残りが炭素と不可避不純物からなる組成をする非晶質炭素系潤滑層、を蒸着形成してなる被覆超硬工具が知られており、かつ前記被覆超硬工具の表面被覆層の硬質層である $(\text{Ti}, \text{Al})\text{N}$ 層が、構成成分であるAlによって高温硬さと耐熱性、同Tiによって高温強度を有し、かつ同上部層である非晶質炭素系潤滑層の共存と相俟って、上記の非鉄材料などの被削材の連続切削や断続切削加工に用いた場合にすぐれた切削性能を発揮することも知られている。

[0006] さらに、上記の被覆超硬工具が、例えば図6に概略説明図で示される蒸着装置、すなわちカソード電極(蒸発源)として所定組成を有するTi-Al合金がセットされたアーク放電装置と、カソード電極(蒸発源)としてWCターゲットがセットされたスパッタリング装置を備えた蒸着装置を用い、これに上記の超硬基体を装入し、

(a) まず、上記下部層として、ヒーターで装置内を、例えば500°Cの温度に加熱した状態で、アノード電極と上記Ti-Al合金のカソード電極(蒸発源)との間に、例えば電

流:90Aの条件でアーク放電を発生させ、同時に装置内に反応ガスとして窒素ガスを導入して、例えば2Paの反応雰囲気とし、一方上記超硬基体には、例えば-100Vのバイアス電圧を印加した条件で、前記超硬基体の表面に、上記(Ti, Al)N層からなる硬質層を蒸着形成し、

(b) つぎに、上部層として、例えば装置内の加熱温度を200℃とした状態で、 $C_2H_2$ などの炭化水素とArを、 $C_2H_2$ 流量:40〜80sccm、Ar流量:250sccmの割合で導入して、例えば1Paの炭化水素の分解ガスとArの混合ガスからなる反応雰囲気とし、例えば上記超硬基体に印加するバイアス電圧を-20Vとし、WCターゲットのカソード電極(蒸発源)には出力:4〜6kW(周波数:40kHz)のスパッタ電力を印加した条件で、上記(Ti, AlN)層からなる硬質層の上に非晶質炭素系潤滑層を蒸着形成することにより製造されることも知られている(特表2002-513087号公報参照)。

#### 発明の開示

#### 発明が解決しようとする課題

- [0007] 近年の切削加工装置の高性能化はめざましく、一方で切削加工に対する省力化および省エネ化、さらに低コスト化の要求も強く、これに伴い、切削加工は高速化の傾向にあるが、上記の従来被覆超硬工具においては、これを通常の切削加工条件で用いた場合には問題はないが、特に切削加工を高速で行なった場合には、潤滑性非晶質炭素系被膜の摩耗進行が著しく速く、比較的短時間で使用寿命に至るのが現状である。また、特に上記の非鉄材料などの被削材の切削加工を、高速で、かつ高い機械的衝撃を伴う高切り込みや高送りなどの重切削条件で行なった場合には、表面被覆層の下部層である硬質層にあつては高温硬さおよび耐熱性、さらに高温強度、また同非晶質炭素系潤滑層にあつては高温強度がそれぞれ不十分であるために、チッピングが発生し易く、かつ摩耗進行も一段と促進するようになることから、比較的短時間で使用寿命に至るのが現状である。

#### 課題を解決するための手段

- [0008] そこで、本発明者等は、上述のような観点から、特に高速切削加工で潤滑性非晶質炭素系被膜がすぐれた耐摩耗性を発揮する被覆超硬工具を開発すべく、研究を行った結果、

(a) 図2A, 2Bにそれぞれ概略平面図および概略正面図で示される蒸着装置、すなわち上記の図5A, 5Bに示される従来潤滑性非晶質炭素系被膜形成用蒸着装置におけるスパッタリング装置のそれぞれに、電磁コイルを設けてマグネトロンスパッタリング装置とした蒸着装置を用い、前記電磁コイルにより磁場を形成して、超硬基体の装着部における磁束密度を100〜300G(ガウス)とし、前記装置内の加熱温度を300〜500℃とした状態で、かつ装置内に反応ガスとして、例えば $C_2H_2$ などの炭化水素と窒素とArを、望ましくは $C_2H_2$ 流量:25〜100sccm、窒素流量:200〜300sccm、Ar流量:150〜250sccmの割合で導入して、反応雰囲気、例えば1Paの $C_2H_2$ の分解ガスと窒素とArの混合ガスとすると共に、前記両マグネトロンスパッタリング装置のWCターゲットのカソード電極(蒸発源)には、例えば出力:1〜3kW(周波数:40kHz)のスパッタ電力、同Tiターゲットには、例えば出力:3〜8kW(周波数:40kHz)のスパッタ電力を同時に印加した条件で潤滑性非晶質炭素系被膜の形成を行うと、この結果形成された潤滑性非晶質炭素系被膜は、これの透過型電子顕微鏡による組織観察結果が図1Aに模式図で示される通り炭素系非晶質体の素地に、結晶質炭窒化チタン系化合物の微粒[以下、「結晶質Ti(C, N)系化合物微粒」で示す]が分散分布した組織をもつようになること。

- [0009] (b) 上記(a)の潤滑性非晶質炭素系被膜を形成するに際して、蒸着装置内に導入される反応ガスとしての炭化水素と窒素とArのそれぞれの流量と、マグネトロンスパッタリング装置のWCターゲットとTiターゲットに印加されるスパッタ電力を調整して、前記潤滑性非晶質炭素系被膜が、オージェ分光分析装置で測定して、

W:5〜40原子%、

Ti:0.5〜30原子%、

窒素:0.5〜20原子%、

を含有し、残りが炭素と不可避不純物からなる組成を有するようにすると、この結果形成された潤滑性非晶質炭素系被膜は、結晶質Ti(C, N)系微粒の分散分布効果、および前記電磁コイルによる磁場成膜に際しての細粒化効果で、硬さが著しく向上するようになり、したがって、この潤滑性非晶質炭素系被膜を形成してなる被覆超硬工具は、W成分による強度向上効果と相俟って、高速切削加工でも切刃部にチップ

ング(微少欠け)の発生なく、一段とすぐれた耐摩耗性を長期に亘って発揮することになること。

以上(a)および(b)に示される研究結果を得たのである。

[0010] この発明は、上記の研究結果に基づいてなされたものであって、

(a) WC基超硬合金またはTiCN系サーメットからなる超硬基体の表面に、(b) マグネトロンスパッタリング装置にて、カソード電極(蒸発源)としてTiターゲットを用い、窒素とArの混合ガス、または炭化水素の分解ガスと窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気中で磁場中成膜された、TiN層およびTiCN層のいずれか、または両方からなり、かつ0.1〜3  $\mu\text{m}$ の平均層厚を有する密着接合層を介して、

(c) 同じくマグネトロンスパッタリング装置にて、カソード電極(蒸発源)として、WCターゲットとTiターゲットを用い、炭化水素の分解ガスと窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気中で磁場中成膜され、オージェ分光分析装置で測定して、

W:5〜40原子%、

Ti:0.5〜30原子%、

窒素:0.5〜30原子%、

を含有し、残りが炭素と不可避不純物からなる組成を有すると共に、透過型電子顕微鏡による観察で、炭素系非晶質体の素地に、結晶質Ti(C, N)系化合物微粒が分散分布した組織を示し、かつ1〜13  $\mu\text{m}$ の平均層厚を有する潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成してなる、特に高速切削加工で潤滑性非晶質炭素系被膜がすぐれた耐摩耗性を発揮する被覆超硬工具に特徴を有するものである。

[0011] つぎに、この発明の被覆超硬工具において、これを構成する密着接合層および潤滑性非晶質炭素系被膜を上記の通りに限定した理由を説明する。

(a) 密着接合層の平均層厚

TiN層およびTiCN層のいずれか、または両方からなる密着接合層は、超硬基体と潤滑性非晶質炭素系被膜の間にあつて、これら両者と強固に密着接合し、さらに前記超硬基体に対する密着接合性は磁場中成膜によって一層向上したものになるが、その平均層厚が0.1  $\mu\text{m}$ 未満では、所望のすぐれた密着接合性を確保することができず、一方その平均層厚が3  $\mu\text{m}$ を越えると、特に高速切削で熱塑性変形を起こし易

くなり、これが潤滑性非晶質炭素系被膜におけるチッピング発生の原因となることから、その平均層厚が0.1〜3 $\mu$ mと定めた。

[0012] (b) 潤滑性非晶質炭素系被膜のW含有量

W成分は、上記の潤滑性非晶質炭素系被膜の素地を形成して、被膜の強度を向上させる作用があるが、その含有量が5原子%未満では所望の高強度を確保することができず、一方その含有量が40原子%を越えると潤滑性が急激に低下するようになることから、その含有量を5〜40原子%と定めた。

[0013] (c) 潤滑性非晶質炭素系被膜のTiおよびN含有量

Ti成分とN成分、さらにC(炭素)成分は磁場成膜下で結合して、被膜中に結晶質のTi(C, N)系化合物微粒として存在し、被膜の硬さを著しく向上させる作用があるが、その含有量がTi成分が0.5原子%未満、およびN成分が0.5原子%未満になると、被膜中にTi(C, N)系微粒として存在する割合が少なくなり過ぎて、所望の高硬度を確保することができず、一方その含有量がTi成分が30原子%、およびN成分が30原子%を越えると強度および潤滑性が急激に低下するようになることから、その含有量をそれぞれTi:0.5〜30原子%、N:0.5〜30原子%と定めた。

[0014] (d) 潤滑性非晶質炭素系被膜の平均層厚

その平均層厚が1 $\mu$ m未満では、所望の潤滑性および耐摩耗性効果を確保することができず、一方その平均層厚が13 $\mu$ mを越えると、切刃部にチッピングが発生し易くなることから、その平均層厚を1〜13 $\mu$ mと定めた。

[0015] また、本発明者等は、特に高速切削加工で潤滑性非晶質炭素系被膜がすぐれた耐摩耗性を発揮する被覆超硬工具を開発すべく、さらに研究を行った結果、

(a) 図3A, 3Bにそれぞれ概略平面図および概略正面図で示される蒸着装置、すなわち上記の図5A, 5Bに示される従来潤滑性非晶質炭素系被膜形成用蒸着装置におけるスパッタリング装置のそれぞれに、電磁コイルを設けてマグネトロンスパッタリング装置とすると共に、一方のカソード電極(蒸発源)であるTiターゲットを所定の組成をもったTi-Al合金ターゲットとした蒸着装置を用い、前記電磁コイルにより磁場を形成して、超硬基体の装着部における磁束密度を100〜300G(ガウス)とし、前記装置内の加熱温度を300〜500℃とした状態で、装置内に反応ガスとして窒素とArを

、例えば窒素流量:200sccm、Ar流量:300sccmの割合で導入して、例えば1Paの窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気とし、前記Ti-Al合金ターゲットのカソード電極(蒸発源)には、例えば出力:12kW(周波数:40kHz)のスパッタ電力を印加し、一方上記超硬基体には、例えば-100Vのバイアス電圧を印加した条件でグロー放電を発生させることにより、前記超硬基体の表面に、

組成式:  $(\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x)\text{N}$  (ただし、原子比で、Xは0.40-0.60を示す)、を満足するTiとAlの複合窒化物[以下、 $(\text{Ti}, \text{Al})\text{N}$ で示す]層、を形成すると、この結果の $(\text{Ti}, \text{Al})\text{N}$ 層は、超硬基体表面に対して強固に密着接合し、さらに前記超硬基体に対する密着接合性は磁場中成膜によって一層向上したものになるばかりでなく、Alの含有によって高温硬さおよび耐熱性が向上し、Tiによる高温強度向上効果と相俟って、高熱発生を伴う高速切削加工でも、チッピングの発生なく、すぐれた耐摩耗性を発揮するようになること。

[0016] (b) ついで、装置内に反応ガスとして、例えば $\text{C}_2\text{H}_2$ などの炭化水素と窒素とArを、望ましくは $\text{C}_2\text{H}_2$ 流量:25-100sccm、窒素流量:200-300sccm、Ar流量:200sccmの割合で導入して、反応雰囲気を、例えば1Paの $\text{C}_2\text{H}_2$ の分解ガスと窒素とArの混合ガスとすると共に、前記両マグネトロンスパッタリング装置のうちのWCターゲットのカソード電極(蒸発源)には、例えば出力:1-3kW(周波数:40kHz)のスパッタ電力、前記Ti-Al合金ターゲットには、例えば出力:3-8kW(周波数:40kHz)のスパッタ電力を同時に印加した条件で潤滑性非晶質炭素系被膜の形成を行うと、この結果形成された潤滑性非晶質炭素系被膜は、上記の $(\text{Ti}, \text{Al})\text{N}$ 層に対して強固に密着接合すると共に、これの透過型電子顕微鏡による組織観察結果が図1Bに模式図で示される通り炭素系非晶質体の素地に、高温硬さおよび耐熱性のすぐれた結晶質Ti-Al系複合炭窒化物微粒[以下、「結晶質Ti-Al系(C, N)微粒」で示す]が分散分布した組織をもつようになること。

[0017] (c) 上記(b)の潤滑性非晶質炭素系被膜を形成するに際して、蒸着装置内に導入される反応ガスとしての炭化水素と窒素とArのそれぞれの流量と、マグネトロンスパッタリング装置のWCターゲットとTi-Al合金ターゲットに印加されるスパッタ電力、さらに前記Ti-Al合金ターゲットの組成を調整して、前記潤滑性非晶質炭素系被膜が、オ

ージェ分光分析装置で測定して、

W:5〜20原子%、

Ti:2.5〜10原子%、

Al:1.6〜15原子%、

窒素:0.4〜22.5原子%、

を含有し、残りが炭素と不可避不純物からなる組成を有するようにすると、この結果形成された潤滑性非晶質炭素系被膜は、結晶質Ti-Al系(C, N)微粒の分散分布効果、および前記電磁コイルによる磁場成膜に際しての細粒化効果で、硬さが著しく向上するようになり、したがって、この潤滑性非晶質炭素系被膜を形成してなる被覆超硬工具は、W成分による強度向上効果と相俟って、高速切削加工でも切刃部にチッピング(微小欠け)の発生なく、一段とすぐれた耐摩耗性を長期に亘って発揮することになること。

以上(a)〜(c)に示される研究結果を得たのである。

[0018] この発明は、上記の研究結果に基づいてなされたものであって、

(a)WC基超硬合金またはTiCN系サーメットからなる超硬基体の表面に、

(b)マグネトロンスパッタリング装置にて、カソード電極(蒸発源)としてTiターゲットを用い、窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気中で磁場中成膜され、0.1〜3 $\mu$ mの平均層厚を有すると共に、

組成式:  $(\text{Ti}_{1-x}\text{Al}_x)\text{N}$  (ただし、原子比で、Xは0.40〜0.60を示す)、を満足する(Ti, Al)N層からなる密着接合層を介して、

(c)同じくマグネトロンスパッタリング装置にて、カソード電極(蒸発源)として、WCターゲットとTi-Al合金ターゲットを用い、炭化水素の分解ガスと窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気中で磁場中成膜され、オージェ分光分析装置で測定して、

W:5〜20原子%、

Ti:2.5〜10原子%、

Al:1.6〜15原子%、

窒素:0.4〜22.5原子%、

を含有し、残りが炭素と不可避不純物からなる組成を有すると共に、透過型電子顕微

鏡による観察で、炭素系非晶質体の素地に、結晶質Ti-Al系(C, N)微粒が分散分布した組織を示し、かつ1〜13 $\mu$ mの平均層厚を有する潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成してなる、特に高速切削加工で潤滑性非晶質炭素系被膜がすぐれた耐摩耗性を発揮する被覆超硬工具に特徴を有するものである。

[0019] つぎに、この発明の被覆超硬工具において、これを構成する密着接合層および潤滑性非晶質炭素系被膜を上記の通りに限定した理由を説明する。

(a) 密着接合層の組成および平均層厚

(Ti, Al)N層からなる密着接合層は、上記の通り構成成分であるTiによってすぐれた高温強度、同Al成分によってすぐれた高温硬さおよび耐熱性を具備するようになるが、Alの含有割合を示すX値がTiとの含量に占める割合(原子比)で0.40未満では、高い発熱を伴う高速切削での耐摩耗性向上効果は得られず、一方前記X値が0.60を越えると、高温強度が急激に低下し、チッピング発生の原因となることから、X値を0.40〜0.60と定めた。

また、上記の(Ti, Al)N層は、超硬基体および潤滑性非晶質炭素系被膜の両者と強固に密着接合し、前記超硬基体に対する密着接合性は磁場中成膜によって一層向上したものになるが、その平均層厚が0.1 $\mu$ m未満では、所望のすぐれた密着接合性を確保することができず、一方その平均層厚が3 $\mu$ mを越えると、特に高速切削でチッピング発生の原因となることから、その平均層厚が0.1〜3 $\mu$ mと定めた。

[0020] (b) 潤滑性非晶質炭素系被膜のW含有量

W成分は、上記の潤滑性非晶質炭素系被膜の素地を形成して、被膜の強度を向上させる作用があるが、その含有量が5原子%未満では所望の高強度を確保することができず、一方その含有量が20原子%を越えると潤滑性が急激に低下することから、その含有量を5〜20原子%と定めた。

[0021] (c) 潤滑性非晶質炭素系被膜のTi、Al、および窒素含有量

TiおよびAl成分と窒素(N)成分、さらに炭素(C)成分は磁場成膜下で結合して、被膜中に結晶質Ti-Al系(C, N)微粒として存在し、前記結晶質Ti-Al系(C, N)微粒は、構成成分であるTiおよびN成分によってすぐれた高温強度、さらにAlおよびC成分によってすぐれた高温硬さと耐熱性を具備するようになるので、これが素地に分

散分布した被膜は耐摩耗性が著しく向上したものになるが、その含有量がTi成分については2.5原子%未満、Al成分については1.6原子%未満、N成分については0.4原子%未満になると、被膜中にTi-Al系(C, N)微粒として存在する割合が少なくなり過ぎて、所望の耐摩耗性を確保することができず、一方その含有量がTi成分については10原子%、Al成分については15原子%、N成分については22.5原子%を越えると高温強度が低下したり、あるいは高温硬さや耐熱性が急激に低下することになることから、その含有量をそれぞれTi:2.5〜10原子%、Al:1.6〜15原子%、窒素:0.4〜22.5原子%と定めた。

[0022] (d) 潤滑性非晶質炭素系被膜の平均層厚

その平均層厚が1  $\mu\text{m}$  未満では、所望の潤滑性および耐摩耗性効果を確保することができず、一方その平均層厚が13  $\mu\text{m}$  を越えると、切刃部にチッピングが発生し易くなることから、その平均層厚を1〜13  $\mu\text{m}$  と定めた。

[0023] さらに、本発明者等は、特に上記の非鉄材料などの被削材の高速重切削加工で表面被覆層が、チッピングの発生なく、長期に亘ってすぐれた耐摩耗性を発揮する被覆超硬工具を開発すべく、上記の従来被覆超硬工具に着目し、研究を行った結果、

(a) 上記の図6の蒸着装置のアーク放電装置を用いて形成された従来被覆超硬工具の表面硬質層を構成する(Ti, Al)N層の下部層(硬質層)は、層厚全体に亘って実質的に均一な組成を有し、したがって均質な高温硬さと耐熱性、さらに高温強度を有するが、例えば図3Aに概略平面図で、図3Bに概略正面図で示される構造のアーキオンプレーティング装置、すなわち装置中央部に超硬基体装着用回転テーブルを設け、前記回転テーブルを挟んで、一方側に相対的にAl含有量の高い(Ti含有量の低い)Al-Ti合金、他方側に相対的にTi含有量の高い(Al含有量の低い)Ti-Al合金をそれぞれカソード電極(蒸発源)として対向配置し、さらに前記両カソード電極に対して90度回転した位置にもカソード電極(蒸発源)として金属Crを装着したアーキオンプレーティング装置を用い、この蒸着装置の前記回転テーブル上に、これの中心軸から半径方向に所定距離離れた位置に複数の超硬基体をリング状に装着し、この状態で装置内雰囲気や窒素雰囲気として前記回転テーブルを回転させると共に、蒸着形成される下部層(硬質層)の層厚均一化を図る目的で超硬基体自体も

自転させながら、前記の図面上左右両側のそれぞれのカソード電極(蒸発源)とアノード電極との間にアーク放電を発生させて、前記超硬基体の表面にAlとTiの複合窒化物[以下、(Al/Ti)Nで示す]層を形成すると、この結果の(Al/Ti)N層においては、回転テーブル上にリング状に配置された前記超硬基体が上記の一方側の相対的にAl含有量の高い(Ti含有量の低い)Al-Ti合金のカソード電極(蒸発源)に最も接近した時点で層中にAl最高含有点が形成され、また前記超硬基体が上記の他方側の相対的にTi含有量の高い(Al含有量の低い)Ti-Al合金のカソード電極に最も接近した時点で層中にTi最高含有点が形成され、上記回転テーブルの回転によって層中には層厚方向にそって前記Al最高含有点とTi最高含有点が所定間隔をもって交互に繰り返し現れると共に、前記Al最高含有点から前記Ti最高含有点、前記Ti最高含有点から前記Al最高含有点へAlおよびTi含有量がそれぞれ連続的に変化する組成変化構造をもつようになること。

[0024] (b) 上記(a)の組成変化構造を有する(Al/Ti)N層の形成において、対向配置の一方側のカソード電極(蒸発源)であるAl-Ti合金におけるAl含有量を上記の従来Ti-Al合金のAl含有量に比して相対的に高いものとし、かつ同他方側のカソード電極(蒸発源)であるTi-Al合金におけるTi含有量を上記の従来Ti-Al合金のTi含有量に比して相対的に高いものとする共に、超硬基体が装着されている回転テーブルの回転速度を制御して、

上記Al最高含有点が、組成式:  $(Al_{1-X}Ti_X)N$  (ただし、原子比で、Xは0.05~0.35を示す)、

上記Ti最高含有点が、組成式:  $(Ti_{1-Y}Al_Y)N$  (ただし、原子比で、Yは0.05~0.35を示す)、

をそれぞれ満足し、かつ隣り合う上記Al最高含有点とTi最高含有点の厚さ方向の間隔を0.01~0.1  $\mu m$  とすると、

上記Al最高含有点部分では、上記の従来(Ti, Al)N層に比してAl含有量が相対的に高くなることから、より一段とすぐれた高温硬さと耐熱性(高温特性)を示し、一方上記Ti最高含有点部分では、前記従来(Ti, Al)N層に比してTi含有量が相対的に高くなることから、一段と高い高温強度を具備し、かつこれらAl最高含有点とTi最高含

有点の間隔をきわめて小さくしたことから、層全体の特性としてすぐれた高温強度を保持した状態ですぐれた高温硬さと耐熱性を具備するようになること。

[0025] (c) つぎに、例えば図2Aに概略平面図で、図2Bに概略正面図で示される通り、カソード電極(蒸発源)がTiターゲットのマグネトロンスパッタリング装置と、カソード電極(蒸発源)がWCターゲットのマグネトロンスパッタリング装置を対向配置に備えた蒸着装置の回転テーブル上に、上記の下部層を形成した超硬基体を装着し、回転テーブルを回転させると共に、蒸着形成される上部層(非晶質炭素系潤滑層)の層厚均一化を図る目的で前記超硬基体自体も自転させ、電磁コイルにより磁場を形成して、前記超硬基体の装着部における磁束密度を100〜300G(ガウス)とし、前記装置内の加熱温度を300〜500℃とした状態で、かつ装置内に反応ガスとして、例えば $C_2H_2$ などの炭化水素と窒素とArを、望ましくは $C_2H_2$ 流量:25〜100sccm、窒素流量:200〜300sccm、Ar流量:150〜250sccmの割合で導入して、反応雰囲気、例えば1Paの $C_2H_2$ の分解ガスと窒素とArの混合ガスとすると共に、前記両マグネトロンスパッタリング装置のWCターゲットのカソード電極(蒸発源)には、例えば出力:1〜3kW(周波数:40kHz)のスパッタ電力、同Tiターゲットには、例えば出力:3〜8kW(周波数:40kHz)のスパッタ電力を同時に印加した条件で非晶質炭素系潤滑層(上部層)の形成を行うと、この結果形成された非晶質炭素系潤滑層は、これの透過型電子顕微鏡による組織観察結果が図1Aに模式図で示される通りW成分含有の炭素系非晶質体の素地に、結晶質炭窒化チタン系化合物の微粒[以下、「結晶質Ti(C, N)系化合物微粒」で示す]が分散分布した組織をもつようになること。

[0026] (d) 上記(c)の非晶質炭素系潤滑層を形成するに際して、蒸着装置内に導入される反応ガスとしての炭化水素と窒素とArのそれぞれの流量と、マグネトロンスパッタリング装置のWCターゲットとTiターゲットに印加されるスパッタ電力を調整して、前記非晶質炭素系潤滑層が、オージェ分光分析装置で測定して、

W:5〜40原子%、

Ti:0.5〜30原子%、

窒素:0.5〜30原子%、

を含有し、残りが炭素と不可避不純物からなる組成を有するようにすると、この結果形

成された非晶質炭素系潤滑層は、これの素地が含有するW成分の作用と、結晶質Ti(C, N)系微粒の分散分布効果、および前記電磁コイルによる磁場成膜に際しての細粒化効果で、高温強度が著しく向上することになること。

- [0027] (e) 上記の下部層が組成変化構造を有する(Al/Ti)N層、上部層が非晶質炭素系潤滑層で構成された表面被覆層を蒸着形成してなる被覆超硬工具は、特に著しい高熱発生と高い機械的衝撃を伴う上記の非鉄材料などの被削材の高速重切削でも、下部層である(Al/Ti)N層がすぐれた高温硬さと耐熱性、さらにすぐれた高温強度を有し、かつ上部層である非晶質炭素系潤滑層も、すぐれた高温強度を具備することになることから、表面被覆層にチッピングの発生なく、すぐれた耐摩耗性を長期に亘って発揮することになること。

以上(a)～(e)に示される研究結果を得たのである。

- [0028] この発明は、上記の研究結果に基づいてなされたものであって、超硬基体の表面に、

(a) 下部層として、1.5～10  $\mu\text{m}$ の平均層厚を有し、かつ、層厚方向にそって、Al最高含有点とTi最高含有点とが所定間隔をおいて交互に繰り返して存在し、かつ前記Al最高含有点から前記Ti最高含有点、前記Ti最高含有点から前記Al最高含有点へAlおよびTi含有量がそれぞれ連続的に変化する成分濃度分布構造を有し、

さらに、上記Al最高含有点が、組成式:  $(\text{Al}_{1-X}\text{Ti}_X)\text{N}$  (ただし、原子比で、Xは0.05～0.35を示す)、上記Ti最高含有点が、組成式:  $(\text{Ti}_{1-Y}\text{Al}_Y)\text{N}$  (ただし、原子比で、Yは0.05～0.35を示す)、を満足し、

かつ隣り合う上記Al最高含有点とTi最高含有点の間隔が、0.01～0.1  $\mu\text{m}$ からなる組成変化構造を有する(Al/Ti)N層からなる硬質層、

(b) 上部層として、1～10  $\mu\text{m}$ の平均層厚を有し、かつマグネトロンスパッタリング装置にて、カソード電極(蒸発源)として、WCターゲットとTiターゲットを用い、炭化水素の分解ガスと窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気中で磁場中成膜され、オージェ分光分析装置で測定して、

W: 5～40原子%、

Ti: 0.5～30原子%、

窒素:0.5〜30原子%、

を含有し、残りが炭素と不可避不純物からなる組成を有すると共に、透過型電子顕微鏡による観察で、W成分含有の炭素系非晶質体の素地に、結晶質Ti(C, N)系化合物微粒が分散分布した組織を有する非晶質炭素系潤滑層、

以上(a)および(b)で構成された表面被覆層を蒸着形成してなる、特に高速重切削加工で表面被覆層がすぐれた耐チップング性を発揮する被覆超硬工具に特徴を有するものである。

[0029] つぎに、この発明の被覆超硬工具の表面被覆層の構成層に関し、上記の通りに数値限定した理由を説明する。

(A) 下部層[(Al/Ti)N層]

(a) Al最高含有点の組成

下部層である(Al/Ti)N層におけるAl成分は、高温硬さおよび耐熱性を向上させ、同Ti成分は高温強度を向上させる作用があり、したがって相対的にAl成分の含有割合が高いAl最高含有点では一段とすぐれた高温硬さと耐熱性を具備するようになり、高熱発生を伴う高速切削条件で、すぐれた耐摩耗性を発揮するようになるが、Tiの割合を示すX値がAlとの含量に占める割合(原子比)で0.05未満になると、相対的にAlの割合が多くなり過ぎて、すぐれた高温強度を有するTi最高含有点が隣接して存在しても層自体の強度低下は避けられず、この結果高速重切削条件ではチップングなどが発生し易くなり、一方Ti成分の割合を示すX値が同0.35を越えると、相対的にAlの割合が少なくなり過ぎて、所望のすぐれた高温硬さおよび耐熱性を確保することができなくなることから、X値を0.05〜0.35と定めた。

[0030] (b) Ti最高含有点の組成

上記の通りAl最高含有点は高温硬さおよび耐熱性のすぐれたものであるが、反面高温強度の劣るものであるため、このAl最高含有点の高温強度不足を補う目的で、相対的にTi含有割合が高く、これによってすぐれた高温強度を有するようになるTi最高含有点を厚さ方向に交互に介在させるものであり、したがってAlの割合を示すY値がTiとの含量に占める割合(原子比)で0.35を越えると、相対的にAlの割合が多くなり過ぎて、所望のすぐれた高温強度を確保することができず、一方同Y値が同じく0

・0.05未満になると、相対的にTiの割合が多くなり過ぎて、Ti最高含有点に所望の高温硬さおよび耐熱性を具備せしめることができなくなり、摩耗進行促進の原因となることから、Y値を0.05〜0.35と定めた。

[0031] (c) Al最高含有点とTi最高含有点間の間隔

その間隔が0.01  $\mu\text{m}$ 未満ではそれぞれの点を上記の組成で明確に形成することが困難であり、この結果層に所望のすぐれた高温強度と、すぐれた高温硬さおよび耐熱性を確保することができなくなり、またその間隔が0.1  $\mu\text{m}$ を越えるとそれぞれの点をもつ欠点、すなわちAl最高含有点であれば高温強度不足、Ti最高含有点であれば高温硬さおよび耐熱性不足が層内に局部的に現れ、これが原因で切刃にチッピングが発生し易くなったり、摩耗進行が促進されるようになることから、その間隔を0.01〜0.1  $\mu\text{m}$ と定めた。

[0032] (d) 平均層厚

その層厚が1.5  $\mu\text{m}$ 未満では、所望の耐摩耗性を長期に亘って確保することができず、一方その平均層厚が10  $\mu\text{m}$ を越えると、チッピングが発生し易くなることから、その平均層厚を1.5〜10  $\mu\text{m}$ と定めた。

[0033] (B) 上部層(非晶質炭素系潤滑層)

(a) W含有量

W成分は、上記の非晶質炭素系潤滑層の素地に含有して、層の高温強度を向上させる作用があるが、その含有量が5原子%未満では所望のすぐれた高温強度を確保することができず、一方その含有量が40原子%を越えると潤滑性が急激に低下するようになることから、その含有量を5〜40原子%と定めた。

[0034] (b) TiおよびN含有量

Ti成分とN成分、さらにC(炭素)成分は磁場成膜下で結合して、被膜中に結晶質のTi(C, N)系化合物微粒として存在し、層の具備するすぐれた潤滑性を損なうことなく、高温強度を著しく向上させる作用があるが、その含有量がTi成分が0.5原子%未満、およびN成分が0.5原子%未満では、層中にTi(C, N)系微粒として存在する割合が少なく、所望のすぐれた高温強度を確保することができず、一方その含有量がTi成分が30原子%、およびN成分が30原子%を越えると高温硬さおよび潤滑

性が急激に低下するようになることから、その含有量をそれぞれTi:0.5〜30原子%、N:0.5〜30原子%と定めた。

[0035] (c) 平均層厚

その平均層厚が1  $\mu$ m未満では、所望の潤滑効果を長期に亘って確保することができず、一方その平均層厚が10  $\mu$ mを越えると、切刃部にチッピングが発生し易くなることから、その平均層厚を1〜10  $\mu$ mと定めた。

[0036] 以上述べたように、本発明の被覆超硬工具は、WC基超硬基体または炭窒化チタン系サーメット基体表面上に、下部層(硬質層)及び上部層(非晶質炭素系潤滑層)を形成したものである。

1. 下部層におけるTiN、及びTiCN、TiAlNは、基材との優れた密着性および高温硬さと耐熱性、高温強度を付与する。

2. 上部層である非晶質炭素系潤滑層において、

2-1 炭素系非晶質相成分であるWは、被膜強度の向上を目的として含有され、Cは、潤滑性効果の向上を目的として含有される。

2-2 結晶質Ti(C, N)系化合物(TiN, TiCNなど)および、結晶質(Ti, Al)(C, N)系化合物(TiAlN, TiAlCNなど)の微粒を上記2-1記載の炭素系非晶質相に分散分布させることにより、上部潤滑層全体の耐摩耗性、耐熱性、高温硬さ、高温強度を向上させることができる。

3. 上部層に分散分布させる結晶質Ti(C, N)系化合物および、結晶質(Ti, Al)(C, N)系化合物の微粒径は40nm以下であることが好ましい。粒径が40nm以上の場合、上部層全体の耐摩耗性が劣化する。

4. 上記1〜3を複合させることにより、高熱発生と機械的衝撃を伴う高速切削および高速重切削において下部層が優れた高温硬さと耐熱性さらに高温強度を発揮し、上部層(非晶質炭素系潤滑層)も、下部層成分の微粒結晶を含有する事により、優れた潤滑性と耐摩耗性と高温安定性を発揮する。

発明の効果

[0037] この発明の被覆超硬工具は、これを構成する潤滑性非晶質炭素系被膜の硬さが、この炭素系非晶質体の素地に、磁場成膜により超微細となった状態で分散分布す

る結晶質Ti(C, N)系化合物微粒によって著しく向上したものになり、前記炭素系非晶質体の素地がW成分の作用で高強度を具備するようになることと相俟って、各種の鋼や鋳鉄などの鉄鋼材料、さらにAl合金やCu合金などの高速切削で、チッピングの発生なく、すぐれた耐摩耗性を長期に亘って発揮するものである。

また、この発明の被覆超硬工具は、これを構成する潤滑性非晶質炭素系被膜の耐摩耗性が、これの炭素系非晶質体の素地に、磁場成膜により超微細となった状態で分散分布する結晶質(Ti, Al)(C, N)系化合物微粒によって著しく向上したものになり、前記炭素系非晶質体の素地がW成分の作用で高強度を具備するようになることと相俟って、各種の鋼や鋳鉄などの鉄鋼材料、さらにAl合金やCu合金などの高速切削で、チッピングの発生なく、すぐれた耐摩耗性を長期に亘って発揮するものである。

さらに、この発明の被覆超硬工具は、表面被覆層を構成する下部層の(Al/Ti)N層がすぐれた高温硬さと耐熱性、さらにすぐれた高温強度を有し、かつ同上部層である非晶質炭素系潤滑層が、これの炭素系非晶質体の素地が含有するW成分の作用、並びに前記素地に磁場成膜により超微細となった状態で分散分布する結晶質Ti(C, N)系化合物微粒および、結晶質(Ti, Al)(C, N)系化合物微粒の作用によって、一段とすぐれた高温強度を具備するようになることから、特に著しい高熱発生と高い機械的衝撃を伴う上記の非鉄材料などの被削材の高速重切削でも、表面被覆層にチッピングの発生なく、すぐれた耐摩耗性を長期に亘って発揮するものである。

#### 図面の簡単な説明

[0038] [図1A]図1Aは、この発明の被覆超硬工具を構成する潤滑性非晶質炭素系被膜(結晶質Ti(C, N)系化合物微粒を含む)を透過型電子顕微鏡を用いて組織観察した結果を示す模式図である。

[図1B]図1Bは、この発明の被覆超硬工具を構成する潤滑性非晶質炭素系被膜(結晶質(Ti, Al)(C, N)系化合物微粒を含む)を透過型電子顕微鏡を用いて組織観察した結果を示す模式図である。

[図2A]図2Aは、この発明の被覆超硬工具を構成する密着接合層および潤滑性非晶質炭素系被膜を形成するのに用いた蒸着装置を示す概略平面図である。

[図2B]図2Bは、図2Aに示す蒸着装置の概略正面図である。

[図3A]図3Aは、この発明の被覆超硬工具を構成する密着接合層および潤滑性非晶質炭素系被膜を形成するのに用いた蒸着装置を示す概略平面図である。

[図3B]図3Bは、図2Aに示す蒸着装置の概略正面図である。

[図4A]図4Aは、本発明被覆超硬工具の表面被覆層の下部層である(Al/Ti)N層を形成するのに用いたアークイオンプレーティング装置の概略平面図である。

[図4B]図4Bは、図4Aに示すアークイオンプレーティング装置の概略正面図である。

[図5A]図5Aは、従来被覆超硬工具(比較被覆超硬工具)を構成する密着接合層および潤滑性非晶質炭素系被膜を形成するのに用いた蒸着装置の概略平面図である。

[図5B]図5Bは、図5Aに示す蒸着装置の概略正面図である。

[図6]図6は、従来被覆超硬工具の表面被覆層の下部層である(Ti, Al)N層および上部層である非晶質炭素系潤滑層を形成するのに用いた蒸着装置の概略説明図である。

#### 発明を実施するための最良の形態

[0039] つぎに、この発明の被覆超硬工具を実施例により具体的に説明する。

##### 実施例 1

[0040] 原料粉末として、いずれも0.8〜3 $\mu$ mの平均粒径を有するWC粉末、TiC粉末、VC粉末、TaC粉末、NbC粉末、Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>粉末、およびCo粉末を用意し、これら原料粉末を、表1に示される配合組成に配合し、ボールミルで84時間湿式混合し、乾燥した後、100MPaの圧力で圧粉体にプレス成形し、この圧粉体を6Paの真空中、温度:1400℃に1時間保持の条件で焼結して、いずれもWC基超硬合金からなる炭素鋼切削用超硬基体素材とAl合金およびCu合金切削用超硬基体素材を製造し、前記炭素鋼切削用超硬基体素材には切刃部分にR:0.03のホーニング加工を施してISO規格・TNMG160408のチップ形状をもった超硬基体A-1〜A-10とし、また前記Al合金およびCu合金切削用超硬基体素材には研磨加工を施してISO規格・TEGX160304Rのチップ形状をもった超硬基体A-1'〜A-10'とした。

[0041] また、原料粉末として、いずれも0.5〜2 $\mu$ mの平均粒径を有するTiCN(質量比で

、TiC/TiN=50/50)粉末、Mo<sub>2</sub>C粉末、ZrC粉末、NbC粉末、TaC粉末、WC粉末、Co粉末、およびNi粉末を用意し、これら原料粉末を、表2に示される配合組成に配合し、ボールミルで84時間湿式混合し、乾燥した後、100MPaの圧力で圧粉体にプレス成形し、この圧粉体を2kPaの窒素雰囲気中、温度:1500℃に1時間保持の条件で焼結して、いずれもTiCN系サーメットからなる炭素鋼切削用超硬基体素材とAl合金およびCu合金切削用超硬基体素材を製造し、前記炭素鋼切削用超硬基体素材には切刃部分にR:0.03のホーニング加工を施してISO規格・TNMG160408のチップ形状をもった超硬基体B-1〜B-6とし、また前記Al合金およびCu合金切削用超硬基体素材には研磨加工を施してISO規格・TEGX160304Rのチップ形状をもった超硬基体B-1'〜B-6'とした。

- [0042] ついで、上記の超硬基体A-1, 1'〜A-10, 10' およびB-1, 1'〜B-6, 6'のそれぞれを、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、図2A, 2Bに示される蒸着装置内の回転テーブル上に、これの中心軸から半径方向に所定距離離れた位置に複数の超硬基体をリング状に装着し、一方側のマグネトロンスパッタリング装置のカソード電極(蒸発源)として、純度:99.9質量%のTiターゲット、対向する側にマグネトロンスパッタリング装置のカソード電極(蒸発源)として、純度:99.6質量%のWCターゲットを配置する。また前記2つのカソード電極に直交する側に、(Ti, Al)N層からなる密着接合層形成用のマグネトロンスパッタリング装置のカソード電極(蒸発源)として、所定の組成をもったTi-Al合金ターゲットを配置し、
- (a)まず、装置内を真空排気して0.01Paの真空中に保持しながら、ヒーターで装置内を200℃に加熱した後、Arガスを装置内に導入して0.5Paの圧力のAr雰囲気とし、この状態で前記回転テーブル上で自転しながら回転する前記超硬基体に-800Vのバイアス電圧を印加して前記超硬基体表面を20分間Arガスボンバード洗浄し、
- (b)ついで、前記蒸着装置の対向配置の両マグネトロンスパッタリング装置の電磁コイルに、いずれも電圧:50V、電流:10Aの条件で印加して、前記超硬基体の装着部における磁束密度を140G(ガウス)とした磁場を形成すると共に、前記蒸着装置内の加熱温度を400℃とした状態で、反応ガスとして窒素とArを、窒素流量:300sccm、Ar流量:200sccmの割合で導入して、1Paの窒素とArの混合ガスからなる反

応雰囲気、または反応ガスとして $C_2H_2$ と窒素とArを、 $C_2H_2$ 流量:50sccm、窒素流量:300sccm、Ar流量:230sccmの割合で導入して、1Paの $C_2H_2$ の分解ガスと窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気とし、Tiターゲットのカソード電極(蒸発源)には出力:12kW(周波数:40kHz)のスパッタ電力を印加し、一方上記超硬基体には、-100Vのバイアス電圧を印加した条件でグロー放電を発生させることにより、前記超硬基体の表面に表3に示される目標層厚のTiN層およびTiCN層のいずれか、または両方からなる密着接合層を形成し、

(c)さらに、前記電磁コイルに印加する条件を、電圧:50-100V、電流:10-20Aの範囲内の所定の値として、上記超硬基体の装着部における磁束密度を100-300G(ガウス)の範囲内の所定の値とし、前記蒸着装置内の加熱温度は400℃、上記超硬基体のバイアス電圧は-100Vとしたままで、前記蒸着装置内に反応ガスとして、 $C_2H_2$ (炭化水素)と窒素とArを、 $C_2H_2$ 流量:25-100sccm、窒素流量:200-300sccm、Ar流量:150-250sccmの範囲内の所定の流量で導入して、反応雰囲気を、1Paの $C_2H_2$ の分解ガスと窒素とArの混合ガスとすると共に、前記両マグネトロンスパッタリング装置のWCターゲットのカソード電極(蒸発源)には、例えば出力:1-3kW(周波数:40kHz)の範囲内の所定のスパッタ電力、同Tiターゲットには、出力:3-8kW(周波数:40kHz)の範囲内の所定のスパッタ電力を同時に印加した条件で、同じく表3に示される目標組成および目標層厚の潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成することにより、本発明被覆超硬工具としての本発明表面被覆超硬合金製スローアウェイチップ(以下、本発明被覆超硬チップと云う)1, 1'-26, 26'をそれぞれ製造した。

[0043] さらに上記超硬基体A-1, 1'-A-10, 10' およびB-1, 1'-B-6, 6'のそれぞれを、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、図3A, 3Bに示され蒸着装置の回転テーブル上に、これの中心軸から半径方向に所定距離はなれた位置に複数の超硬基体をリング状に装着し、一方側のマグネトロンスパッタ装置のカソード電極(蒸発源)として、所定の組成をもったTi-Al合金ターゲット、対向する側にマグネトロンスパッタリング装置のカソード電極(蒸発源)として、純度99.6質量%のWCターゲットを配置する。また前記2つのカソード電極に直交する側に、TiN層および

TiCN層のいずれか、または両方からなる密着接合層形成用のマグネトロンスパッタリング装置のカソード電極(蒸発源)として、純度:99.9質量%のTiターゲットを配置し、

(a)まず、装置内を真空排気して0.01Paの真空中に保持しながら、ヒーターで装置内を200℃に加熱した後、Arガスを装置内に導入して0.5Paの圧力のAr雰囲気とし、この状態で前記回転テーブル上で自転しながら回転する前記超硬基体に-800Vのバイアス電圧を印加して前記超硬基体表面を20分間Arガスボンバード洗浄し、

(b)ついで、前記蒸着装置の対向配置の両マグネトロンスパッタリング装置の電磁コイルに、いずれも電圧:50V、電流:10Aの条件で印加して、前記超硬基体の装着部における磁束密度を140G(ガウス)とした磁場を形成すると共に、前記蒸着装置内の加熱温度を400℃とした状態で、反応ガスとして窒素とArを、窒素流量:300sccm、Ar流量:200sccmの割合で導入して、1Paの窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気、または反応ガスとして $C_2H_2$ と窒素とArを、 $C_2H_2$ 流量:50sccm、窒素流量:300sccm、Ar流量:230sccmの割合で導入して、1Paの $C_2H_2$ の分解ガスと窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気とし、Tiターゲットのカソード電極(蒸発源)には出力:12kW(周波数:40kHz)のスパッタ電力を印加し、一方上記超硬基体には、-100Vのバイアス電圧を印加した条件でグロー放電を発生させることにより、前記超硬基体の表面に表3に示される目標層厚のTiN層およびTiCN層のいずれか、または両方からなる密着接合層を形成し、

(c)さらに、前記電磁コイルに印加する条件を、電圧:50-100V、電流:10-20Aの範囲内の所定の値として、上記超硬基体の装着部における磁束密度を100-300G(ガウス)の範囲内の所定の値とし、前記蒸着装置内の加熱温度は400℃、上記超硬基体のバイアス電圧は-70Vとしたままで、前記蒸着装置内に反応ガスとして、 $C_2H_2$ (炭化水素)と窒素とArを、 $C_2H_2$ 流量:25-100sccm、窒素流量:200-300sccm、Ar流量:150-250sccmの範囲内の所定の流量で導入して、反応雰囲気を、1Paの $C_2H_2$ の分解ガスと窒素とArの混合ガスとすると共に、前記両マグネトロンスパッタリング装置のWCターゲットのカソード電極(蒸発源)には、例えば出力:1-3kW(周波数:40kHz)の範囲内の所定のスパッタ電力、同Ti-Al合金ターゲットには、

出力:3〜8kW(周波数:40kHz)の範囲内の所定のスパッタ電力を同時に印加した条件で、表4に示される目標組成および目標層厚の潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成することにより、本発明被覆超硬工具としての本発明表面被覆超硬合金製スローアウェイチップ(以下、本発明被覆超硬チップと云う)27, 27'〜42, 42'をそれぞれ製造した。

[0044] また、比較の目的で、上記超硬基体A-1, 1'〜A-10, 10' およびB-1, 1'〜B-6, 6'のそれぞれの表面を、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、図5A, 5Bに示されるカソード電極(蒸発源)がTiターゲットのスパッタリング装置と、カソード電極(蒸発源)がWCターゲットのスパッタリング装置を対向配置した蒸着装置の回転テーブル上に、これの中心軸から半径方向に所定距離離れた位置に複数の超硬基体をリング状に装着し、

(a)まず、装置内を真空排気して0.01Paの真空に保持しながら、ヒーターで装置内を200℃に加熱した後、Arガスを装置内に導入して0.5Paの圧力のAr雰囲気とし、この状態で前記回転テーブル上で自転しながら回転する前記超硬基体に−800Vのバイアス電圧を印加して前記超硬基体表面を20分間Arガスボンバード洗浄し、

(b)ついで、前記蒸着装置内の加熱温度を300℃とした状態で、装置内に反応ガスとして窒素とArを、窒素流量:200sccm、Ar流量:300sccmの割合で導入して、1Paの窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気、または反応ガスとして $C_2H_2$ と窒素とArを、 $C_2H_2$ 流量:40sccm、窒素流量:200sccm、Ar流量:300sccmの割合で導入して、1Paの $C_2H_2$ の分解ガスと窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気とし、Tiターゲットのカソード電極(蒸発源)には出力:12kW(周波数:40kHz)のスパッタ電力を印加し、一方上記超硬基体には、−100Vのバイアス電圧を印加した条件でグロー放電を発生させることにより、前記超硬基体の表面に表5, 6に示される目標層厚のTiN層およびTiCN層のいずれか、または両方からなる密着接合層を形成し、

(c)ついで、上記蒸着装置内の加熱温度を200℃とした状態で、 $C_2H_2$ とArを、 $C_2H_2$ 流量:40〜80sccm、Ar流量:250sccmの範囲内の所定の流量で導入して、1Paの $C_2H_2$ の分解ガスとArの混合ガスからなる反応雰囲気とすると共に、上記超硬基体に印加するバイアス電圧を−20Vとし、WCターゲットのカソード電極(蒸発源)には出力

:4〜6kW(周波数:40kHz)の範囲内の所定のスパッタ電力を印加した条件で、上記密着接合層の上に、同じく表5, 6に示される目標組成および目標層厚の潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成することにより、従来被覆超硬工具に相当する比較表面被覆超硬合金製スローアウェイチップ(以下、比較被覆超硬チップと云う)1, 1'〜16, 16'をそれぞれ製造した。

[0045] つぎに、上記本発明被覆超硬チップ1, 1'〜42, 42'および比較被覆超硬チップ1, 1'〜16, 16'を工具鋼製バイトの先端部に固定治具にてネジ止めした状態で、

被削材:JIS・S10Cの丸棒、

切削速度:350m/min.、

切り込み:1.2mm、

送り:0.18mm/rev.、

切削時間:5分、

の条件での炭素鋼の乾式高速切削加工試験(通常の切削速度は120m/min. )、

被削材:JIS・A5052の丸棒、

切削速度:1000m/min.、

切り込み:1.4mm、

送り:0.3mm/rev.、

切削時間:20分、

の条件でのAl合金の乾式高速切削加工試験(通常の切削速度は400m/min. )、

さらに、

被削材:JIS・C3710の丸棒、

切削速度:430m/min.、

切り込み:1.2mm、

送り:0.25mm/rev.、

切削時間:20分、

の条件でのCu合金の乾式高速切削加工試験(通常の切削速度は200m/min. )

を行なった。いずれの切削加工試験でも切刃の逃げ面摩耗幅を測定した。この測定

結果を表3～6に示した。

[0046] [表1]

種 別	配 合 組 成 (質量%)						
	Co	TiC	TaC	NbC	VC	Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	WC
超硬基体 (チタン)	A-1, 1'	5	—	0.5	—	—	残
	A-2, 2'	5.5	—	0.2	1.8	—	残
	A-3, 3'	6	—	—	—	0.1	残
	A-4, 4'	6.5	—	—	0.1	—	残
	A-5, 5'	7	—	—	0.3	0.3	残
	A-6, 6'	7.5	—	2	—	—	残
	A-7, 7'	8	—	—	—	0.5	残
	A-8, 8'	8.5	5	—	3	—	残
	A-9, 9'	9	0.5	2.5	—	—	残
	A-10, 10'	9.5	1.5	—	0.5	—	残

[0047] [表2]

種 別		配 合 組 成 (質量%)						
		Co	Ni	ZrC	TaC	NbC	Mo <sub>2</sub> C	WC
超硬基体 (チタン)	B-1. 1 <sup>2)</sup>	14	4.5	—	10	—	10	16
	B-2. 2 <sup>2)</sup>	7	6	—	5	—	7.5	—
	B-3. 3 <sup>2)</sup>	8	—	—	—	—	6	10
	B-4. 4 <sup>2)</sup>	11	4.5	—	11	2	—	—
	B-5. 5 <sup>2)</sup>	9	4	1	8	—	10	10
	B-6. 6 <sup>2)</sup>	12	5.5	—	10	—	9.5	14.5

[0048] [表3]

種別	超硬 基体 番号	密着被合層		潤滑性非晶質炭素系被膜				Ti(CN) 系結晶 粒子径 (nm)		逃げ面摩耗幅 (mm)			
		目録層厚 (μm)		目録組成 (原子%)				目録 層厚 (μm)		炭素膜の 高遠切削 加工	Al合金の 高遠切削 加工		
		TiN層	TiCN層	W	Ti	N	C+ 不純物						
11-1	A-11	0.1	—	5.0	20.0	10.0	残り	残り	1.0	39.5	0.25	0.17	0.16
22-2	A-22	—	1.0	10.0	15.0	7.5	残り	残り	3.0	23.5	0.22	0.14	0.13
33-3	A-33	1.0	0.5	15.0	10.0	5.0	残り	残り	5.0	22.5	0.2	0.12	0.11
44-4	A-44	—	2.0	20.0	5.0	2.5	残り	残り	7.0	9.0	0.17	0.1	0.08
55-5	A-55	2.5	—	5.0	20.0	18.0	残り	残り	9.0	8.5	0.15	0.07	0.06
66-6	A-66	10	2.0	10.0	15.0	10.5	残り	残り	13.0	7.0	0.12	0.05	0.04
77-7	A-77	0.5	—	15.0	10.0	9.0	残り	残り	3.0	35.5	0.23	0.15	0.14
88-8	A-88	—	3.0	20.0	5.0	0.5	残り	残り	5.0	20.5	0.21	0.13	0.13
99-9	A-99	0.5	2.5	10.0	10.0	3.0	残り	残り	7.0	18.5	0.19	0.12	0.09
1010-10	A-1010	2.0	—	15.0	15.0	1.5	残り	残り	9.0	9.5	0.17	0.09	0.07
1111-11	A-1111	2.0	—	5.0	20.0	18.0	残り	残り	9.0	30.4	0.23	0.12	0.11
1212-12	A-33	—	1.5	10.0	30.0	25.0	残り	残り	6.0	15.5	0.19	0.14	0.10
1313-13	A-55	0.5	0.5	20.0	20.0	16.5	残り	残り	4.0	13.0	0.18	0.16	0.08
1414-14	A-77	0.5	1.0	10.0	0.5	10.0	残り	残り	5.0	8.0	0.35	0.03	0.05
1515-15	A-99	—	1.5	40.0	4.0	30.0	残り	残り	10.0	5.0	0.08	0.21	0.25
1616-16	B-11	—	2.5	5.0	5.0	2.5	残り	残り	8.0	9.5	0.15	0.08	0.07
1717-17	B-22	1.0	1.0	10.0	10.0	5.0	残り	残り	7.0	13.5	0.16	0.11	0.10
1818-18	B-33	—	1.0	15.0	15.0	7.5	残り	残り	3.0	28.5	0.21	0.14	0.12
1919-19	B-44	1.5	—	20.0	20.0	10.0	残り	残り	13.0	8.0	0.13	0.06	0.06
2020-20	B-55	—	0.1	10.0	15.0	13.5	残り	残り	1.0	36.0	0.24	0.19	0.18
2121-21	B-66	1.5	1.5	15.0	10.0	1.0	残り	残り	5.0	21.0	0.19	0.13	0.11
2222-22	B-11	—	0.5	20.0	5.0	4.5	残り	残り	8.0	17.0	0.18	0.12	0.12
2323-23	B-33	2.0	—	15.0	20.0	15.0	残り	残り	10.0	8.5	0.14	0.08	0.06
2424-24	B-44	2.0	—	10.0	30.0	28.0	残り	残り	2.0	23.0	0.20	0.15	0.10
2525-25	B-55	1.5	0.5	20.0	3.0	10.0	残り	残り	6.0	39.0	0.29	0.05	0.04
2626-26	B-66	—	1.0	35.0	15	30.0	残り	残り	12.0	6.0	0.10	0.23	0.20

本発明微細超硬チップ

本発明の超硬基体番号

[0049] [表4]

種別	超硬 基体 番号	密着層合層		潤滑性非晶質炭素系被膜							逃げ面磨耗(mm)		
		TiN層 目視層厚(μm)	TiCN層 目視層厚(μm)	W	Ti	Al	N	C+ 不純物	目視 層厚 (μm)	(TiAl) (CN)系 結晶粒子 径(nm)	炭素鋼の 高速切削 磨耗係数	Al合金の 高速切削 磨耗係数	Cu合金の 高速切削 磨耗係数
本発明 超硬 基体 番号	27-27	10	10	150	100	150	22.5	残り	30	32.6	0.21	0.16	0.14
	28-28	10	10	100	80	120	12.0	残り	50	24.9	0.19	0.13	0.12
	29-29	10	0.5	150	40	60	30	残り	70	22	0.19	0.14	0.12
	30-30	20	20	200	100	150	25	残り	80	11.7	0.14	0.11	0.07
	31-31	2.5	2.5	50	100	100	18.0	残り	10	8.6	0.13	0.07	0.05
	32-32	10	20	100	7.5	7.5	13.5	残り	30	5.3	0.1	0.04	0.04
	33-33	10.5	10.5	150	50	50	30	残り	50	28.6	0.2	0.14	0.13
	34-34	10	30	200	2.5	2.5	0.5	残り	70	25.7	0.2	0.12	0.12
	35-35	0.5	2.5	50	2.5	18	0.4	残り	80	16.3	0.16	0.13	0.08
	36-36	10	20	100	60	40	60	残り	130	14.3	0.18	0.11	0.07
	37-37	2.5	2.5	150	100	67	50	残り	130	9.4	0.13	0.07	0.06
	38-38	10	200	200	2.5	16	37	残り	80	22.2	0.15	0.11	0.08
	39-39	10	10	50	100	100	100	残り	70	21.2	0.19	0.13	0.11
	40-40	1.5	1.5	100	7.5	7.5	7.5	残り	50	6.5	0.11	0.05	0.05
	41-41	10	0	150	50	50	50	残り	30	38.8	0.23	0.18	0.18
	42-42	15	15	200	7.5	7.5	7.5	残り	10	18.8	0.17	0.12	0.11

[0050] [表5]

種別	超硬 基体 記号	密着被合層		潤滑性非晶質炭素系被膜						送り面磨耗量(mm)			
		目標層厚(μm)		目標組成(原子%)				目標 層厚 (μm)	炭素鋼 の高速 切削	Al合金 の高速 切削	Cu合金 の高速 切削		
		TiN層	TiCN層	W	Ti	N	C+ 不純物						
1, 1'	A-1, 1'	0.1	—	5	—	—	—	1	0.75	0.67	0.65		
2, 2'	A-2, 2'	—	1	10	—	—	—	3	0.72	0.64	0.62		
3, 3'	A-3, 3'	0.1	0.6	15	—	—	—	5	0.69	0.62	0.60		
4, 4'	A-4, 4'	—	2	20	—	—	—	7	0.64	0.60	0.58		
5, 5'	A-5, 5'	2.5	—	5	—	—	—	9	0.62	0.58	0.57		
6, 6'	A-6, 6'	1	2	10	—	—	—	13	0.59	0.55	0.53		
7, 7'	A-7, 7'	0.6	—	15	—	—	—	3	0.74	0.67	0.64		
8, 8'	A-8, 8'	—	3	20	—	—	—	5	0.72	0.64	0.61		
9, 9'	A-9, 9'	0.5	2.5	10	—	—	—	7	0.68	0.62	0.60		
10, 10'	A-10, 10'	2	—	15	—	—	—	9	0.65	0.60	0.57		

比較級超硬超硬子少才

比較被膜超硬チップ

[0051] [表6]

種類	超硬 基体 記号	密着被合層				超潤性非晶質炭素系被膜					逃げ面摩耗率(mm)		
		目録層厚(μm)		目録組成(原子%)			目録 層厚 (μm)	炭素鋼 の高速 切削	Al合金 の高速 切削	Cu合金 の高速 切削	Al合金 の高速 切削	Cu合金 の高速 切削	
		TiN層	TCN層	W	N	C+							不純物
11, 11'	B-1, 1'	—	12.5	6	—	—	残り	9	0.64	0.57	0.57	0.57	
12, 12'	B-2, 2'	4	4	10	—	—	残り	7	0.63	0.60	0.59	0.59	
13, 13'	B-3, 3'	—	4	15	—	—	残り	3	0.70	0.55	0.53	0.53	
14, 14'	B-4, 4'	1.5	—	20	—	—	残り	43	0.60	0.57	0.55	0.55	
15, 15'	B-5, 5'	—	10.1	10	—	—	残り	1	0.73	0.68	0.66	0.66	
16, 16'	B-6, 6'	1.5	1.5	15	—	—	残り	6	0.66	0.63	0.62	0.62	

出 数	組 組	硬 度	チ ツ	フ
--------	--------	--------	--------	---

## 実施例 2

[0052] 原料粉末として、平均粒径:4.5 μmを有する中粗粒WC粉末、同0.8 μmの微粒WC粉末、同1.3 μmのTaC粉末、同1.2 μmのNbC粉末、同1.2 μmのZrC粉末、同1.8 μmのCr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>粉末、同1.5 μmのVC粉末、同1.0 μmの(Ti, W)C(質量比で、TiC/WC=50/50)粉末、および同1.8 μmのCo粉末を用意し、これら原料粉末をそれぞれ表7に示される配合組成に配合し、さらにワックスを加えてアセトン中で72時間ボールミル混合し、減圧乾燥した後、100MPaの圧力で所定形状の各種の圧粉体にプレス成形し、これらの圧粉体を、6Paの真空雰囲気中、7℃/分の昇

温速度で1370～1470℃の範囲内の所定の温度に昇温し、この温度に1時間保持後、炉冷の条件で焼結して、直径が8mm、13mm、および26mmの3種の超硬基体形成用丸棒焼結体を形成し、さらに前記の3種の丸棒焼結体から、研削加工にて、表7に示される組合せで、切刃部の直径×長さがそれぞれ6mm×13mm、10mm×22mm、および20mm×45mmの寸法、並びにいずれもねじれ角30度の4枚刃スクエアの形状をもった超硬基体(エンドミル)C-1～C-8をそれぞれ製造した。

[0053] ついで、これらの超硬基体(エンドミル)C-1～C-8を、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、同じく図2A、2Bまたは、図3A、3Bに示される蒸着装置に装入し、上記実施例1と同一の条件で、表8、9に示される目標層厚のTiN層およびTiCN層のいずれか、または両方、並びに同じく表8、9に示される目標組成および目標層厚の潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成することにより、本発明被覆超硬工具としての本発明表面被覆超硬合金製エンドミル(以下、本発明被覆超硬エンドミルと云う)1～19をそれぞれ製造した。

[0054] また、比較の目的で、上記の超硬基体(エンドミル)C-1～C-8を、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、同じく図5A、5Bに示される蒸着装置に装入し、上記実施例1と同一の条件で、表10に示される目標層厚のTiN層およびTiCN層のいずれか、または両方、並びに同じく表10に示される目標組成および目標層厚の潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成することにより、従来被覆超硬工具に相当する比較表面被覆超硬合金製エンドミル(以下、比較被覆超硬エンドミルと云う)1～8をそれぞれ製造した。

[0055] つぎに、上記本発明被覆超硬エンドミル1～19および比較被覆超硬エンドミル1～19のうち、本発明被覆超硬エンドミル1～3、9、12～14および比較被覆超硬エンドミル1～3については、

被削材:平面寸法:100mm×250mm、厚さ:50mmのJIS・A5052の板材、

切削速度:300m/min.、

軸方向切り込み:4mm、

径方向切り込み:0.7mm、

テーブル送り:2200mm/分、

の条件でのAl合金の乾式高速側面切削加工試験(通常の切削速度は180m/min.)、本発明被覆超硬エンドミル4〜6, 10, 15〜17および従来被覆超硬エンドミル4〜6については、

被削材:平面寸法:100mm×250mm、厚さ:50mmのJIS・C3710の板材、

切削速度:300m/min.、

軸方向切り込み:6mm、

径方向切り込み:1.1mm、

テーブル送り:2050mm/分、

の条件でのCu合金の乾式高速側面切削加工試験(通常は180m/min.)、本発明被覆超硬エンドミル7, 8および比較被覆超硬エンドミル7, 8, 11, 18, 19については、

被削材:平面寸法:100mm×250mm、厚さ:50mmのJIS・S10Cの板材、

切削速度:350m/min.、

軸方向切り込み:8mm、

径方向切り込み:2mm、

テーブル送り:2050mm/分、

の条件での炭素鋼の乾式高速側面切削加工試験(通常は200m/min.)をそれぞれ行い、いずれの側面切削加工試験でも切刃部の外周刃の逃げ面摩耗幅が使用寿命の目安とされる0.1mmに至るまでの切削長を測定した。この測定結果を表8〜10にそれぞれ示した。

[0056] [表7]

種別	配合組成 (質量%)							切削部の 直径×長さ (mm)
	Co	(Ti, W)C	TaC	(NbC)	ZrC	Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	VC	
C-1	5	—	—	—	—	—	—	16×13
C-2	6	—	—	1	—	—	—	16×13
C-3	6	—	—	—	1	0.5	0.5	16×13
C-4	6.5	—	—	—	—	0.3	0.3	10×22
C-5	7	18	4.5	0.5	—	—	—	10×22
C-6	7.5	—	—	—	—	0.5	—	10×22
C-7	8	20	1	4	—	—	—	20×45
C-8	9	19	1	5	2	—	—	20×45

超硬基体 (主成分：SiC)

[0057] [表8]

種類	組硬 基体 番号	密封接合層		潤滑性非晶質炭素系統膜					目視 層厚 ( $\mu\text{m}$ )	T(CN) 系樹脂 種子量 ( $\mu\text{m}$ )	切削皮 厚(m)
		目視層厚 ( $\mu\text{m}$ )	ITCN ( $\mu\text{m}$ )	Wt%	目視組成(原子%)	N	U	O+			
本発明 実施例	FC-1	0.1	1.0	50	20.0	10.0	20.0	炭素	3	21.3	195
	FC-2	0.1	1.0	100	15.0	7.5	15.0	炭素	5	7.9	210
	FC-3	0.5	0.5	150	10.0	5.0	10.0	炭素	3	28.3	186
	FC-4	0.5	1.5	200	50	25	50	炭素	7	11.6	223
	FC-5	0.5	2.0	50	20.0	18.0	20.0	炭素	9	25.3	245
	FC-6	0.5	3.0	100	15.0	10.5	15.0	炭素	3	17.2	192
	FC-7	0.5	3.0	150	10.0	8.0	10.0	炭素	9	5.8	270
	FC-8	0.5	3.0	200	50	5.0	50	炭素	13	5.6	84
	FC-9	0.5	10	100	50	10.0	10.0	炭素	5	6.3	213
	FC-4	0.5	15	400	4.0	30.0	30.0	炭素	10	13.2	205
	FC-7	0.5	15	100	30.0	25.0	30.0	炭素	8	37.4	64

[0058] [表9]

種別	超硬 基体 番号	密着接合層		潤滑性非晶質炭素系被膜						(TiAl) (CN) 系結晶 粒子径 (nm)	目標 層厚 ( $\mu\text{m}$ )	切削量 (m)
		目標層厚( $\mu\text{m}$ )		目標組成(原子%)				C+ 不純物				
		TiN層	TiCN層	W	Ti	Al	N					
本発明被覆超硬合金	12	C-1	0.1	—	10.0	6.7	1.5	残り	—	14.5	3	203
	13	C-2	—	1.0	20.0	10.0	18.0	残り	—	9.7	5	221
	14	C-3	0.5	0.5	5.0	10.0	15.0	残り	—	32.5	3	195
	15	C-4	—	1.5	10.0	8.0	6.5	残り	—	13.1	7	234
	16	C-5	0.5	2.0	20.0	7.5	7.5	残り	—	7.3	9	257
	17	C-6	0.5	—	5.0	2.5	1.8	残り	—	3	3	202
	18	C-7	3.0	—	10.0	4.5	0.7	残り	—	18.5	9	174
	19	C-8	—	3.0	15.0	5.5	0.8	残り	—	19	13	88

[0059] [表10]

種別		超硬 基体 記号	密着接合層		潤滑性非晶質炭素系被膜				目標 層厚 ( $\mu\text{m}$ )	切削長 (m)
			目標層厚( $\mu\text{m}$ )		目標組成(原子%)					
			TiN層	TiCN層	W	Ti	N	C+ 不純物		
比較被覆超硬合金	1	C-1	0.1	—	20	—	—	残り	3	68
	2	C-2	—	1	10	—	—	残り	5	72
	3	C-3	0.5	0.5	5	—	—	残り	13	66
	4	C-4	—	1.5	5	—	—	残り	7	80
	5	C-5	0.5	2	10	—	—	残り	9	91
	6	C-6	0.5	—	20	—	—	残り	3	64
	7	C-7	3	—	15	—	—	残り	9	29
	8	C-8	—	3	10	—	—	残り	13	34

### 実施例 3

- [0060] 上記の実施例2で製造した直径が8mm(超硬基体C-1〜C-3形成用)、13mm(超硬基体C-4〜C-6形成用)、および26mm(超硬基体C-7、C-8形成用)の3種の丸棒焼結体を用い、この3種の丸棒焼結体から、研削加工にて、溝形成部の直径×長さがそれぞれ4mm×13mm(超硬基体D-1〜D-3)、8mm×22mm(超硬基体D-4〜D-6)、および16mm×45mm(超硬基体D-7、D-8)の寸法、並びにいずれもねじれ角30度の2枚刃形状をもった超硬基体(ドリル)D-1〜D-8をそれぞれ製造した。
- [0061] ついで、これらの超硬基体(ドリル)D-1〜D-8の切刃に、ホーニングを施し、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、同じく図2A、2Bまたは、図3A、3Bに示される蒸着装置に装入し、上記実施例1と同一の条件で、表11、12に示される目標層厚のTiN層およびTiCN層のいずれか、または両方、並びに同じく表11、12に示される目標組成および目標層厚の潤滑性炭素系非晶質体の被膜を蒸着形成することにより、本発明被覆超硬工具としての本発明表面被覆超硬合金製ドリル(以下、本発明被覆超硬ドリルと云う)1〜19をそれぞれ製造した。
- [0062] また、比較の目的で、上記の超硬基体(ドリル)D-1〜D-8の切刃に、ホーニングを施し、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、同じく図5A、5Bに示される蒸着装置に装入し、上記実施例1と同一の条件で、表13に示される目標層厚のTiN層およびTiCN層のいずれか、または両方、並びに同じく表13に示される目標組成および目標層厚の潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成することにより、従来被覆超硬工具に相当する比較表面被覆超硬合金製ドリル(以下、比較被覆超硬ドリルと云う)1〜8をそれぞれ製造した。
- [0063] つぎに、上記本発明被覆超硬ドリル1〜19および比較被覆超硬ドリル1〜8のうち、本発明被覆超硬ドリル1〜3、9、12〜14および比較被覆超硬ドリル1〜3については、  
被削材:平面寸法:100mm×250mm、厚さ:50mmのJIS・A5052の板材、  
切削速度:280m/min.、  
送り:0.4mm/rev、

穴深さ:6mm、

の条件でのAl合金の湿式高速穴あけ切削加工試験(通常の切削速度は120m/min. )、本発明被覆超硬ドリル4〜6, 10, 15〜17および比較被覆超硬ドリル4〜6については、

被削材:平面寸法:100mm×250mm、厚さ:50mmのJIS・S10Cの板材、

切削速度:250m/min. 、

送り:0. 5mm/rev、

穴深さ:12mm、

の条件での炭素鋼の湿式高速穴あけ切削加工試験(通常の切削速度は110m/min. )、本発明被覆超硬ドリル7, 8, 11, 18, 19および比較被覆超硬ドリル7, 8については、

被削材:平面寸法:100mm×250mm、厚さ:50mmのJIS・C3710の板材、

切削速度:250m/min. 、

送り:0. 6mm/rev、

穴深さ:20mm、

の条件でのCu合金の湿式高速穴あけ切削加工試験(通常の切削速度は110m/min. )、をそれぞれ行い、いずれの湿式穴あけ切削加工試験(水溶性切削油使用)でも先端切刃面の逃げ面摩耗幅が0. 3mmに至るまでの穴あけ加工数を測定した。この測定結果を表11〜13にそれぞれ示した。

[0064] [表11]

種類	超導 基体 番号	密着被合層				潤滑性非晶質炭素系被層				XRD 測定 位置 (°)
		目録層厚(μm)	TiN層	TiCN層	W	Ti	N	C+	目録 層厚 (μm)	Ti (CN) 系結晶 粒子径 (nm)
1	D=1	0.5	3.0	3.0	50.0	50.0	0.5	99.5	3	137
2	D=2	1.0	1.5	1.5	150.0	150.0	7.5	92.5	5	73
3	D=3	2.0	2.0	2.0	200.0	200.0	18.0	82.0	7	289
4	D=4	3.0	2.0	2.0	50.0	200.0	14.0	86.0	7	216
5	D=5	4.0	2.9	2.9	100.0	150.0	4.5	95.5	9	127
6	D=6	3.0	2.0	2.0	150.0	100.0	0.1	99.9	3	176
7	D=7	2.0	2.0	2.0	100.0	150.0	10.5	89.5	6	153
8	D=8	1.0	1.0	1.0	20.0	50.0	15.0	85.0	13	57
9	D=2	1.3	1.0	1.0	100.0	0.5	100.0	99.5	5	59
10	D=5	1.3	1.3	1.3	400.0	40.0	30.0	99.0	10	147
11	D=8	1.5	1.1	1.1	100.0	30.0	25.0	99.0	6	359
本発明は、超導体上に、 凡										
										8928
										9105
										9633
										2405
										2620
										1840
										3133
										3892
										9708
										2537
										3794

[0065] [表12]

種別	超硬 基体 番号	層厚接合層間 (μm)		目標組成(原子%)					目標 層厚 (μm)	(GaN)系 結晶粒 子径 (nm)	入射角 加工数 (°)
		TiN層	TiCN層	W	Ti	Al	N	O+ 不純物			
例12	D-1	0.5	3.0	50	100	15.0	22.5	2.5	3.0	14.0	9374
例13	D-2	1.0	1.5	100	100	10.0	14.0	2.5	5.0	16.4	9560
例14	D-3	1.0	1.5	150	100	6.7	8.3	2.5	7.0	8.5	10112
例15	D-4	2.0	2.0	100	50	8.0	39.9	2.5	7.0	28.2	2521
例16	D-5	0.1	2.9	150	7.5	7.5	8.0	2.5	9.0	21.4	2748
例17	D-6	3.0	2.0	200	2.5	1.6	0.4	2.5	3.0	15.7	1928
例18	D-7	2.0	2.0	150	4.5	5.5	4.0	2.5	18.0	10.8	3285
例19	D-8	2.0	1.0	100	5.5	4.5	7.0	2.5	13.0	27.6	3993

本発明に より		例12	例13	例14	例15	例16	例17	例18	例19
層厚	μm	0.5	1.0	1.0	2.0	0.1	3.0	2.0	2.0
組成	%	15.0	10.0	6.7	8.0	7.5	2.5	4.5	5.5
層厚	μm	3.0	1.5	1.5	2.0	2.9	2.0	2.0	1.0
層厚	μm	100	100	100	50	7.5	2.5	4.5	5.5
層厚	μm	150	150	150	100	150	200	150	100
層厚	μm	50	100	100	100	100	100	100	100
層厚	μm	15.0	10.0	6.7	8.0	7.5	2.5	4.5	5.5
層厚	μm	22.5	14.0	8.3	39.9	8.0	0.4	4.0	7.0
層厚	μm	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
層厚	μm	3.0	5.0	7.0	7.0	9.0	3.0	18.0	13.0
層厚	μm	14.0	16.4	8.5	28.2	21.4	15.7	10.8	27.6
層厚	μm	9374	9560	10112	2521	2748	1928	3285	3993

[0066] [表13]

種別		超硬 基体 記号	密着接合層		潤滑性非晶質炭素系被膜					穴あけ 加工数 (穴)
			目標層厚(μm)		目標組成(原子%)				目標 層厚 (μm)	
			TiN層	TiCN層	W	in	N	C+ 不純物		
比較被覆超硬ドリル	1	D-1	0.5	—	5	—	—	残り	3	3839
	2	D-2	—	3	15	—	—	残り	5	4003
	3	D-3	1	1.5	20	—	—	残り	7	4142
	4	D-4	—	2	5	—	—	残り	7	962
	5	D-5	0.1	2.9	10	—	—	残り	9	1074
	6	D-6	3	—	15	—	—	残り	3	698
	7	D-7	2	—	10	—	—	残り	6	1691
	8	D-8	—	1	20	—	—	残り	13	1984

[0067] この結果得られた本発明被覆超硬工具としての本発明被覆超硬チップ1, 1' ~ 4, 42'、本発明被覆超硬エンドミル1~19、および本発明被覆超硬ドリル1~19、並びに従来被覆超硬工具に相当する比較被覆超硬チップ1, 1' ~ 16, 16'、比較被覆超硬エンドミル1~8、および比較被覆超硬ドリル1~8を構成する潤滑性非晶質炭素系被膜について、その組成をオージェ分光分析装置、その層厚を走査型電子顕微鏡を用いて測定したところ、いずれも目標組成および目標層厚と実質的に同じ組成および平均層厚(断面5箇所での平均値)を示し、また、その組織を透過型電子顕微鏡を用いて観察したところ、前記本発明被覆超硬工具は、炭素系非晶質体の素地に、結晶質のTi(C, N)系化合物微粒が分散分布した組織を示し、一方前記従来被覆超硬工具は、炭素系非晶質体の単一相からなる組織を示した。

[0068] 表3~13に示される結果から、潤滑性非晶質炭素系被膜が、炭素系非晶質体の素地に、結晶質のTi(C, N)系化合物微粒が分散分布した組織を有する本発明被覆超硬工具は、いずれもAl合金やCu合金、さらに鋼の切削加工を、高速条件で行なった場合にも、すぐれた耐摩耗性を発揮するのに対して、潤滑性非晶質炭素系被膜が、炭素系非晶質体の単一相からなる組織を有する従来被覆超硬工具(比較被覆超硬工具)においては、高速切削条件では、前記潤滑性非晶質炭素系被膜の摩耗進行がきわめて速く、比較的短時間で使用寿命に至ることが明らかである。

#### 実施例 4

- [0069] 原料粉末として、いずれも $0.7\sim 3\mu\text{m}$ の平均粒径を有するWC粉末、TiC粉末、VC粉末、TaC粉末、NbC粉末、 $\text{Cr}_3\text{C}_2$ 粉末、およびCo粉末を用意し、これら原料粉末を、表14に示される配合組成に配合し、ボールミルで80時間湿式混合し、乾燥した後、100MPaの圧力で圧粉体にプレス成形し、この圧粉体を6Paの真空中、温度： $1400^\circ\text{C}$ に1時間保持の条件で焼結して、いずれもWC基超硬合金からなる炭素鋼切削用超硬基体素材とAl合金およびCu合金切削用超硬基体素材を製造し、前記炭素鋼切削用超硬基体素材には切刃部分にR:0.03のホーニング加工を施してISO規格・TNMG160408のチップ形状をもった超硬基体A-1～A-10とし、また前記Al合金およびCu合金切削用超硬基体素材には研磨加工を施してISO規格・TEGX160304Rのチップ形状をもった超硬基体A-1'～A-10'とした。
- [0070] また、原料粉末として、いずれも $0.5\sim 2\mu\text{m}$ の平均粒径を有するTiCN(質量比で、TiC/TiN=50/50)粉末、 $\text{Mo}_2\text{C}$ 粉末、ZrC粉末、NbC粉末、TaC粉末、WC粉末、Co粉末、およびNi粉末を用意し、これら原料粉末を、表15に示される配合組成に配合し、ボールミルで80時間湿式混合し、乾燥した後、100MPaの圧力で圧粉体にプレス成形し、この圧粉体を2kPaの窒素雰囲気中、温度： $1510^\circ\text{C}$ に1時間保持の条件で焼結して、いずれもTiCN系サーメットからなる炭素鋼切削用超硬基体素材とAl合金およびCu合金切削用超硬基体素材を製造し、前記炭素鋼切削用超硬基体素材には切刃部分にR:0.03のホーニング加工を施してISO規格・TNMG160408のチップ形状をもった超硬基体B-1～B-6とし、また前記Al合金およびCu合金切削用超硬基体素材には研磨加工を施してISO規格・TEGX160304Rのチップ形状をもった超硬基体B-1'～B-6'とした。
- [0071] ついで、上記の超硬基体A-1, 1'～A-10, 10' およびB-1, 1'～B-6, 6'のそれぞれを、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、図2A, 2Bに示される蒸着装置内の回転テーブル上に、これの中心軸から半径方向に所定距離離れた位置に複数の超硬基体をリング状に装着し、一方側のマグネトロンスパッタリング装置のカソード電極(蒸発源)として、純度:99.6質量%のTiターゲット、対向する側にマグネトロンスパッタリング装置のカソード電極(蒸発源)として、純度:99.6質量%のWCターゲットを配置する。また前記2つのカソード電極に直交する側に、(Ti, Al)N

層からなる密着接合層形成用のマグネトロンスパッタリング装置のカソード電極(蒸発源)として、所定の組成をもったTi-Al合金ターゲットを配置し、

(a)まず、装置内を真空排気して0.01Paの真空中に保持しながら、ヒーターで装置内を200℃に加熱した後、Arガスを装置内に導入して0.5Paの圧力のAr雰囲気とし、この状態で前記回転テーブル上で自転しながら回転する前記超硬基体に-810Vのバイアス電圧を印加して前記超硬基体表面を20分間Arガスボンバード洗浄し、

(b)ついで、前記蒸着装置の全てのマグネトロンスパッタリング装置の電磁コイルに、いずれも電圧:50V、電流:10Aの条件で印加して、前記超硬基体の装着部における磁束密度を140G(ガウス)とした磁場を形成すると共に、前記蒸着装置内の加熱温度を400℃とした状態で、反応ガスとして窒素とArを、窒素流量:300sccm、Ar流量:200sccmの割合で導入して、1Paの窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気とし、Ti-Al合金ターゲットのカソード電極(蒸発源)には出力:12kW(周波数:40kHz)のスパッタ電力を印加し、一方上記超硬基体には、-70Vのバイアス電圧を印加した条件でグロー放電を発生させることにより、前記超硬基体の表面に表16, 17に示される目標組成および目標層厚の(Ti, Al)N層からなる密着接合層を形成し、

(c)さらに、前記電磁コイルに印加する条件を、電圧:50-100V、電流:10-20Aの範囲内の所定の値として、上記超硬基体の装着部における磁束密度を100-300G(ガウス)の範囲内の所定の値とし、前記蒸着装置内の加熱温度は400℃、上記超硬基体のバイアス電圧は-100Vとしたままで、前記蒸着装置内に反応ガスとして、 $C_2H_2$ (炭化水素)と窒素とArを、 $C_2H_2$ 流量:25-100sccm、窒素流量:200-300sccm、Ar流量:150-250sccmの範囲内の所定の流量で導入して、反応雰囲気を、1Paの $C_2H_2$ の分解ガスと窒素とArの混合ガスとすると共に、前記両マグネトロンスパッタリング装置のWCターゲットのカソード電極(蒸発源)には、例えば出力:1-3kW(周波数:40kHz)の範囲内の所定のスパッタ電力、同Tiターゲットには、出力:3-8kW(周波数:40kHz)の範囲内の所定のスパッタ電力を同時に印加した条件で、同じく表16に示される目標組成および目標層厚の潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成することにより、本発明被覆超硬工具としての本発明表面被覆超硬合金製スローアウェイチップ(以下、本発明被覆超硬チップと云う)1, 1'-26, 26'をそれ

ぞれ製造した。

[0072] さらに上記超硬基体A-1, 1' ~ A-10, 10' およびB-1, 1' ~ B-6, 6' のそれぞれを、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、図3A, 3Bに示され蒸着装置の回転テーブル上に、これの中心軸から半径方向に所定距離はなれた位置に複数の超硬基体をリング状に装着し、一方側のマグネトロンスパッタ寝具装置のカソード電極(蒸発源)として、所定の組成をもったTi-Al合金ターゲット、対向する側にマグネトロンスパッタリング装置のカソード電極(蒸発源)として、純度99.6質量%のWCターゲットを配置する。また前記2つのカソード電極に直交する側に、TiN層およびTiCN層のいずれか、または両方からなる密着接合層形成用のマグネトロンスパッタリング装置のカソード電極(蒸発源)として、純度:99.9質量%のTiターゲットを配置し、

(a)まず、装置内を真空排気して0.01Paの真空中に保持しながら、ヒーターで装置内を200℃に加熱した後、Arガスを装置内に導入して0.5Paの圧力のAr雰囲気とし、この状態で前記回転テーブル上で自転しながら回転する前記超硬基体に-810Vのバイアス電圧を印加して前記超硬基体表面を20分間Arガスボンバード洗浄し、

(b)ついで、前記蒸着装置の全てのマグネトロンスパッタリング装置の電磁コイルに、いずれも電圧:50V、電流:10Aの条件で印加して、前記超硬基体の装着部における磁束密度を140G(ガウス)とした磁場を形成すると共に、前記蒸着装置内の加熱温度を400℃とした状態で、反応ガスとして窒素とArを、窒素流量:300sccm、Ar流量:200sccmの割合で導入して、1Paの窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気とし、Ti-Al合金ターゲットのカソード電極(蒸発源)には出力:12kW(周波数:40kHz)のスパッタ電力を印加し、一方上記超硬基体には、-70Vのバイアス電圧を印加した条件でグロー放電を発生させることにより、前記超硬基体の表面に表16, 17に示される目標組成および目標層厚の(Ti, Al)N層からなる密着接合層を形成し、

(c)さらに、前記電磁コイルに印加する条件を、電圧:50~100V、電流:10~20Aの範囲内の所定の値として、上記超硬基体の装着部における磁束密度を100~300G(ガウス)の範囲内の所定の値とし、前記蒸着装置内の加熱温度は400℃、上記超硬基体のバイアス電圧は-70Vとしたままで、前記蒸着装置内に反応ガスとして、

$C_2H_2$  (炭化水素)と窒素とArを、 $C_2H_2$  流量:25~100sccm、窒素流量:200~300 sccm、Ar流量:150~250sccmの範囲内の所定の流量で導入して、反応雰囲気として、1Paの $C_2H_2$ の分解ガスと窒素とArの混合ガスとすると共に、前記両マグネトロンスパッタリング装置のWCターゲットのカソード電極(蒸発源)には、例えば出力:1~3kW(周波数:40kHz)の範囲内の所定のスパッタ電力、同Ti-Al合金ターゲットには、出力:3~8kW(周波数:40kHz)の範囲内の所定のスパッタ電力を同時に印加した条件で、同じく表17に示される目標組成および目標層厚の潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成することにより、本発明被覆超硬工具としての本発明表面被覆超硬合金製スローアウェイチップ(以下、本発明被覆超硬チップと云う)27, 27' ~42, 42' をそれぞれ製造した。

[0073] また、比較の目的で、上記超硬基体A-1, 1' ~A-10, 10' およびB-1, 1' ~B-6, 6' のそれぞれの表面を、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、図5A, 5Bに示されるカソード電極(蒸発源)がTiターゲットのスパッタリング装置と、カソード電極(蒸発源)がWCターゲットのスパッタリング装置を対向配置した蒸着装置の回転テーブル上に、これの中心軸から半径方向に所定距離離れた位置に複数の超硬基体をリング状に装着し、

(a)まず、装置内を真空排気して0.01Paの真空に保持しながら、ヒーターで装置内を200℃に加熱した後、Arガスを装置内に導入して0.5Paの圧力のAr雰囲気とし、この状態で前記回転テーブル上で自転しながら回転する前記超硬基体に-800Vのバイアス電圧を印加して前記超硬基体表面を20分間Arガスボンバード洗浄し、

(b)ついで、前記蒸着装置内の加熱温度を300℃とした状態で、装置内に反応ガスとして窒素とArを、窒素流量:200sccm、Ar流量:300sccmの割合で導入して、1Paの窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気とし、Tiターゲットのカソード電極(蒸発源)には出力:12kW(周波数:40kHz)のスパッタ電力を印加し、一方上記超硬基体には、-100Vのバイアス電圧を印加した条件でグロー放電を発生させることにより、前記超硬基体の表面に表18に示される目標層厚のTiN層からなる密着接合層を形成し、

(c)ついで、上記蒸着装置内の加熱温度を200℃とした状態で、 $C_2H_2$ とArを、 $C_2H_2$

流量:40〜80sccm、Ar流量:250sccmの範囲内の所定の流量で導入して、1Paの $C_2H_2$ の分解ガスとArの混合ガスからなる反応雰囲気とすると共に、上記超硬基体に印加するバイアス電圧を−20Vとし、WCターゲットのカソード電極(蒸発源)には出力:4〜6kW(周波数:40kHz)の範囲内の所定のスパッタ電力を印加した条件で、上記密着接合層の上に、同じく表18に示される目標組成および目標層厚の潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成することにより、従来被覆超硬工具に相当する比較表面被覆超硬合金製スローアウェイチップ(以下、比較被覆超硬チップと云う)1, 1'〜16, 16'をそれぞれ製造した。

[0074] つぎに、上記本発明被覆超硬チップ1, 1'〜42, 42' および比較被覆超硬チップ1, 1'〜16, 16'を工具鋼製バイトの先端部に固定治具にてネジ止めした状態で、

被削材:JIS・S10Cの丸棒、

切削速度:360m/min.、

切り込み:1.2mm、

送り:0.2mm/rev.、

切削時間:5分、

の条件(切削条件Aという)での炭素鋼の乾式高速切削加工試験(通常の切削速度は120m/min. )、

被削材:JIS・A5052の丸棒、

切削速度:1050m/min.、

切り込み:1.2mm、

送り:0.3mm/rev.、

切削時間:20分、

の条件(切削条件Bという)でのAl合金の乾式高速切削加工試験(通常の切削速度は400m/min. )、さらに、

被削材:JIS・C3710の丸棒、

切削速度:450m/min.、

切り込み:1.4mm、

送り:0.27mm/rev.、

切削時間:20分、

の条件(切削条件Cという)でのCu合金の乾式高速切削加工試験(通常の切削速度は200m/min.)を行なった。いずれの切削加工試験でも切刃の逃げ面摩耗幅を測定した。この測定結果を表16～18に示した。

[0075] [表14]

種 別		配 合 組 成 (質量%)						
		Co	TiC	TaC	NbC	VC	Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	WC
超硬基体 (チップ)	A-1.1'	5	—	0.9	0.1	—	—	残
	A-2.2'	5.5	—	1.8	0.2	—	—	残
	A-3.3'	6	—	—	—	—	0.2	残
	A-4.4'	6.5	—	—	—	0.2	—	残
	A-5.5'	7	—	—	—	0.2	0.2	残
	A-6.6'	7.5	—	—	2	—	—	残
	A-7.7'	8	—	1	—	—	0.5	残
	A-8.8'	8.5	6	—	3	—	—	残
	A-9.9'	9	1	1	1	—	—	残
	A-10.10'	9.5	1	—	1	—	0.5	残

[0076] [表15]

種 別	配 合 組 成 (質量%)								
	Co	Ni	ZrC	TaC	NbC	Mo <sub>2</sub> C	WC	TiCN	
超硬基体 (チップ)	B-1.1'	13	4.5	—	10	—	10	15	残
	B-2.2'	8	6	—	5	—	8	—	残
	B-3.3'	7	—	—	—	—	6	12	残
	B-4.4'	10	4.5	—	7	6	—	—	残
	B-5.5'	8	4	1	8	—	10	11	残
	B-6.6'	10	5.5	—	10	—	9.5	15	残

[0077] [表16]

種別	超硬 炭素 基体 番号	密着接合層			目標 厚層 ( $\mu\text{m}$ )	目標組成(原子%)					實際組成(原子%)					系統組成 子量( $\text{gm}$ )	進行面摩耗量( $\text{nm}$ )		切削条件 A	切削条件 B	切削条件 O
		目標組成(原子%)				W	Ti	N	C+ 不溶物	自摩 層厚 ( $\mu\text{m}$ )	切削条件 A	切削条件 B									
		T	Al	N																	
21-1	A-11	0.60	0.40	1.00	0.5	5.0	23.0	10.0	削り	13.0	37.8	10.22	0.15	0.15							
22-2	A-22	0.55	0.45	1.00	2.0	10.0	15.0	7.5	削り	3.0	22.5	0.2	0.13	0.12							
23-3	A-33	0.50	0.50	1.00	3.0	16.0	10.0	5.0	削り	5.0	21.5	0.18	0.11	0.11							
24-4	A-44	0.45	0.55	1.00	1.5	20.0	5.0	2.5	削り	2.0	8.1	0.15	0.08	0.08							
25-5	A-55	0.40	0.60	1.00	0.1	5.0	20.0	18.0	削り	8.0	8.1	0.28	0.17	0.17							
26-6	A-66	0.60	0.40	1.00	1.0	10.0	15.0	10.5	削り	3.0	8.4	0.23	0.15	0.15							
27-7	A-77	0.55	0.45	1.00	2.5	18.0	10.0	8.0	削り	3.0	34.0	0.2	0.12	0.11							
28-8	A-88	0.50	0.50	1.00	1.5	20.0	5.0	5.5	削り	5.0	18.8	0.16	0.09	0.08							
29-9	A-99	0.45	0.55	1.00	2.0	10.0	10.0	3.0	削り	7.0	17.2	0.14	0.08	0.08							
30-10	A-1010	0.40	0.60	1.00	3.0	15.0	15.0	1.5	削り	8.0	8.7	0.11	0.04	0.04							
31-11	A-11	0.80	0.40	1.00	2.0	5.0	20.0	18.0	削り	9.0	29.5	0.21	0.11	0.09							
32-12	A-33	0.55	0.45	1.00	3.0	10.0	30.0	25.0	削り	6.0	14.9	0.18	0.13	0.09							
33-13	A-55	0.50	0.50	1.00	1.5	20.0	20.0	16.5	削り	4.0	12.5	0.18	0.15	0.09							
34-14	A-77	0.45	0.55	1.00	1.0	10.0	0.5	0.0	削り	5.0	7.4	0.32	0.03	0.04							
35-15	A-99	0.40	0.60	1.00	2.5	40.0	4.0	30.0	削り	10.0	4.8	0.07	0.19	0.23							
36-16	B-11	0.60	0.40	1.00	3.0	5.0	5.0	2.5	削り	9.0	9.4	0.12	0.08	0.09							
37-17	B-22	0.55	0.45	1.00	2.0	10.0	10.0	5.0	削り	7.0	12.7	0.14	0.08	0.07							
38-18	B-33	0.50	0.50	1.00	1.5	15.0	15.0	7.5	削り	3.0	27.1	0.17	0.11	0.11							
39-19	B-44	0.45	0.55	1.00	1.0	20.0	10.0	10.0	削り	13.0	7.8	0.2	0.13	0.13							
40-20	B-55	0.40	0.60	1.00	0.5	10.0	0.0	15.0	削り	1.0	34.6	0.24	0.16	0.16							
41-21	B-66	0.50	0.50	1.00	0.1	15.0	10.0	10.0	削り	5.0	20.3	0.28	0.17	0.18							
42-22	B-11	0.40	0.60	1.00	2.5	3.0	30.0	28.0	削り	9.0	16.4	0.18	0.11	0.11							
43-23	B-33	0.60	0.40	1.00	3.0	10.0	30.0	25.0	削り	6.0	8.2	0.13	0.07	0.08							
44-24	B-44	0.55	0.45	1.00	2.0	20.0	20.0	18.5	削り	4.0	22.1	0.18	0.14	0.08							
45-25	B-55	0.60	0.40	1.00	1.5	10.0	0.5	10.0	削り	5.0	37.4	0.25	0.04	0.04							
46-26	B-66	0.45	0.55	1.00	1.0	40.0	4.0	30.0	削り	10.0	5.8	0.21	0.21	0.02							

[0078]·[表17]

種別	超硬 基体 番号	密着被合層				潤滑性非晶質炭素系被膜				通孔面微粒径 (mm)				
		並目組成(原子%)		目標 層厚 ( $\mu\text{m}$ )	目標組成(原子%)		目標 層厚 ( $\mu\text{m}$ )	(TiAl) (CN)系結 晶粒子径 (nm)		切削条件 A	切削条件 B	切削条件 C		
		Ti	Al		N	W		Ti	N				Al	C+
全 第 一 期 製 造 組 成 子	27/27	0.60	0.40	1.00	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	3.0	33.8	0.22	0.15	0.15
	28/28	0.55	0.45	1.00	10.0	8.0	12.0	12.0	残り	5.0	25.8	0.2	0.13	0.12
	29/29	0.50	0.50	1.00	15.0	4.0	8.0	3.0	残り	7.0	23.0	0.18	0.11	0.11
	30/30	0.45	0.55	1.00	20.0	10.0	15.0	2.5	残り	9.0	12.2	0.16	0.08	0.08
	31/31	0.40	0.60	1.00	5.0	10.0	10.0	18.0	残り	10.0	18.7	0.25	0.17	0.17
	32/32	0.50	0.50	1.00	10.0	7.5	13.5	3.0	残り	3.0	5.3	0.23	0.15	0.15
	33/33	0.55	0.45	1.00	15.0	5.0	5.0	3.0	残り	5.0	29.8	0.2	0.12	0.1
	34/34	0.50	0.50	1.00	20.0	2.5	2.5	0.5	残り	7.0	28.4	0.16	0.09	0.09
	35/35	0.45	0.55	1.00	5.0	12.5	19.0	0.4	残り	9.0	17.3	0.14	0.08	0.08
	36/36	0.40	0.60	1.00	10.0	8.0	4.0	6.0	残り	13.0	14.9	0.13	0.04	0.04
	37/37	0.60	0.40	1.00	15.0	10.0	8.7	5.0	残り	13.0	9.7	0.12	0.08	0.08
	38/38	0.55	0.45	1.00	20.0	25.0	19.0	3.7	残り	9.0	12.5	0.14	0.08	0.07
第 二 期 製 造 組 成 子	39/39	0.50	0.50	1.00	5.0	10.0	10.0	10.0	残り	7.0	22.1	0.17	0.1	0.1
	40/40	0.45	0.55	1.00	10.0	7.5	7.5	7.5	残り	5.0	6.5	0.2	0.13	0.13
	41/41	0.40	0.60	1.00	15.0	5.0	25.0	5.0	残り	3.0	39.4	0.24	0.16	0.16
	42/42	0.50	0.50	1.00	20.0	7.5	7.5	7.5	残り	1.0	19.6	0.25	0.17	0.18

[0079] [表18]

種類	超硬 基体 番号	TiN層 の目標 厚度 ( $\mu\text{m}$ )	潤滑性非晶炭素系被膜						逃げ面幅(mm)		
			目標組成(原子%)					目標 厚度 ( $\mu\text{m}$ )	切削条件 A	切削条件 B	切削条件 C
			W	Ti	Al	N	C+				
1	A-1	0.5	50	—	—	—	残り	30	0.80	0.78	0.75
2	A-2	2.0	100	—	—	—	残り	50	0.72	0.72	0.71
3	A-3	3.0	150	—	—	—	残り	70	0.73	0.69	0.68
4	A-4	1.5	200	—	—	—	残り	90	0.71	0.68	0.66
5	A-5	0.1	50	—	—	—	残り	10	0.83	0.78	0.77
6	A-6	1.0	100	—	—	—	残り	30	0.79	0.75	0.74
7	A-7	2.5	150	—	—	—	残り	50	0.76	0.72	0.72
8	A-8	1.5	200	—	—	—	残り	70	0.72	0.70	0.69
9	A-9	2.0	50	—	—	—	残り	80	0.69	0.67	0.66
10	A-10	3.0	100	—	—	—	残り	130	0.64	0.61	0.59
11	B-1	3.0	150	—	—	—	残り	130	0.65	0.62	0.60
12	B-2	2.0	200	—	—	—	残り	80	0.70	0.67	0.67
13	B-3	1.5	50	—	—	—	残り	70	0.74	0.71	0.70
14	B-4	1.0	100	—	—	—	残り	50	0.78	0.73	0.73
15	B-5	0.5	150	—	—	—	残り	30	0.80	0.74	0.74
16	B-6	0.1	200	—	—	—	残り	10	0.83	0.78	0.77

比較装置超硬チップ

比較超硬超硬チップ

## 実施例 5

[0080] 原料粉末として、平均粒径:  $4.2\mu\text{m}$  を有する中粗粒WC粉末、同  $0.7\mu\text{m}$  の微粒WC粉末、同  $1.2\mu\text{m}$  のTaC粉末、同  $1.1\mu\text{m}$  のNbC粉末、同  $1.1\mu\text{m}$  のZrC粉末、同  $1.6\mu\text{m}$  の $\text{Cr}_3\text{C}_2$ 粉末、同  $1.4\mu\text{m}$  のVC粉末、同  $1.1\mu\text{m}$  の(Ti, W)C(質量比で、TiC/WC=50/50)粉末、および同  $1.8\mu\text{m}$  のCo粉末を用意し、これら原料粉末をそれぞれ表19に示される配合組成に配合し、さらにワックスを加えてアセトン中で70時間ボールミル混合し、減圧乾燥した後、100MPaの圧力で所定形状の各種の圧粉体にプレス成形し、これらの圧粉体を、6Paの真空雰囲気中、 $7^\circ\text{C}/\text{分}$ の

昇温速度で1375〜1475℃の範囲内の所定の温度に昇温し、この温度に1時間保持後、炉冷の条件で焼結して、直径が8mm、13mm、および26mmの3種の超硬基体形成用丸棒焼結体を形成し、さらに前記の3種の丸棒焼結体から、研削加工にて、表19に示される組合せで、切刃部の直径×長さがそれぞれ6mm×13mm、10mm×22mm、および20mm×45mmの寸法、並びにいずれもねじれ角30度の4枚刃スクエアの形状をもった超硬基体(エンドミル)C-1〜C-8をそれぞれ製造した。

[0081] ついで、これらの超硬基体(エンドミル)C-1〜C-8を、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、同じく図2A, 2Bまたは、図3A, 3Bに示される蒸着装置に装入し、上記実施例4と同一の条件で、表20, 21に示される目標組成および目標層厚の(Ti, Al)N層、並びに同じく表20, 21に示される目標組成および目標層厚の潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成することにより、本発明被覆超硬工具としての本発明表面被覆超硬合金製エンドミル(以下、本発明被覆超硬エンドミルと云う)1〜19をそれぞれ製造した。

[0082] また、比較の目的で、上記の超硬基体(エンドミル)C-1〜C-8を、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、同じく図5A, 5Bに示される蒸着装置に装入し、上記実施例4と同一の条件で、表22に示される目標層厚のTiN層、並びに同じく表22に示される目標組成および目標層厚の潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成することにより、従来被覆超硬工具に相当する比較表面被覆超硬合金製エンドミル(以下、比較被覆超硬エンドミルと云う)1〜8をそれぞれ製造した。

[0083] つぎに、上記本発明被覆超硬エンドミル1〜19および比較被覆超硬エンドミル1〜8のうち、本発明被覆超硬エンドミル1〜3, 9, 12〜14および比較被覆超硬エンドミル1〜3については、

被削材: 平面寸法: 100mm×250mm、厚さ: 50mmのJIS・A5052の板材、

切削速度: 320m/min.、

軸方向切り込み: 4.5mm、

径方向切り込み: 0.7mm、

テーブル送り: 2350mm/分、

の条件でのAl合金の乾式高速側面切削加工試験(通常の切削速度は180m/min

.)、本発明被覆超硬エンドミル4ー6, 10, 15ー17および従来被覆超硬エンドミル4ー6については、

被削材:平面寸法:100mm×250mm、厚さ:50mmのJIS・C3710の板材、

切削速度:320m/min.、

軸方向切り込み:6.5mm、

径方向切り込み:1.2mm、

テーブル送り:2185mm/分、

の条件でのCu合金の乾式高速側面切削加工試験(通常の切削速度は180m/min.

.)、本発明被覆超硬エンドミル7, 8, 11, 18, 19および比較被覆超硬エンドミル7, 8については、

被削材:平面寸法:100mm×250mm、厚さ:50mmのJIS・S10Cの板材、

切削速度:365m/min.、

軸方向切り込み:8.0mm、

径方向切り込み:2.0mm、

テーブル送り:2140mm/分、

の条件での炭素鋼の湿式高速側面切削加工試験(通常の切削速度は200m/min.

.)をそれぞれ行い、いずれの側面切削加工試験でも切刃部の外周刃の逃げ面摩耗幅が使用寿命の目安とされる0.1mmに至るまでの切削長を測定した。この測定結果を表20ー22にそれぞれ示した。

[0084] [表19]

種別	配 給 組 成 (質量%)								切削部の 直径×長さ (mm)
	Co	(Ti, W)C	TaC	NiC	ZrC	Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	VC	WC	
C-1	5	—	—	4	—	—	—	微粒・殘	6×13
C-2	6	—	—	1.5	—	—	—	微粒・殘	6×13
C-3	6	—	0.5	—	—	0.3	0.3	微粒・殘	6×13
C-4	6.5	—	—	—	—	0.4	—	微粒・殘	10×22
C-5	7	18	—	5	—	—	—	中粗粒・殘	10×22
C-6	7.5	—	—	—	—	—	0.4	微粒・殘	10×22
C-7	8	20	—	5	—	—	—	中粗粒・殘	20×45
C-8	9	9	8	0.2	4	—	—	中粗粒・殘	20×45

超硬基体 (Ti, W)C (μm)

[0085] [表20]

[illegible]

[0086] [表21]

種別	超硬 基体 番号	密着接合層				非晶性超硬質被覆系被膜							目録 層厚 ( $\mu\text{m}$ )	目録 層厚 ( $\mu\text{m}$ )	(TiAl) (GN) 系結晶 析出量 ( $\mu\text{m}$ )	切削量 ( $\mu\text{m}$ )
		目録 組成(原子%)		N	目録 層厚 ( $\mu\text{m}$ )	Ti	Al	N	GF 不純物							
12	PC-16	0.40	0.80							100	0.5	10.0	6.7	15.0	残り	5
13	PC-21	0.45	0.55	100	0.1	20.0	10.0	18.0	残り	3	10.4	202				
14	PC-31	0.50	0.50	100	1.0	5.0	15.0	22.3	残り	5	33.2	2552				
15	PC-41	0.55	0.45	100	1.0	10.0	8.0	6.5	残り	7	13.8	268				
16	PC-51	0.60	0.40	100	1.5	20.0	7.5	7.5	残り	9	7.4	293				
17	PC-61	0.45	0.55	100	2.0	5.0	2.5	1.6	残り	7	19.5	245				
18	PC-71	0.50	0.50	100	3.0	1.0	4.5	5.5	残り	11	12.7	282				
19	PC-81	0.55	0.45	100	2.5	1.5	5.5	4.5	残り	13	12.2	102				

日本精工株式会社

[0087] [表22]

種別	超硬 基体 記号	TiN 層の目 標層厚 ( $\mu\text{m}$ )	潤滑性非晶質炭素系被膜						目標 層厚 ( $\mu\text{m}$ )	切削長 (m)
			目標組成(原子%)							
			W	Ti	Al	N	C+ 不純物			
比較被覆超硬 ドリル	1	C-1	0.5	10	—	—	—	残り	5	89
	2	C-2	0.1	20	—	—	—	残り	3	74
	3	C-3	1	5	—	—	—	残り	5	88
	4	C-4	1	10	—	—	—	残り	7	93
	5	C-5	1.5	20	—	—	—	残り	9	102
	6	C-6	2	5	—	—	—	残り	7	86
	7	C-7	3	10	—	—	—	残り	11	37
	8	C-8	2.5	15	—	—	—	残り	13	41

### 実施例 6

[0088] 上記の実施例5で製造した直径が8mm(超硬基体C-1〜C-3形成用)、13mm(超硬基体C-4〜C-6形成用)、および26mm(超硬基体C-7、C-8形成用)の3種の丸棒焼結体を用い、この3種の丸棒焼結体から、研削加工にて、溝形成部の直径×長さがそれぞれ4mm×13mm(超硬基体D-1〜D-3)、8mm×22mm(超硬基体D-4〜D-6)、および16mm×45mm(超硬基体D-7、D-8)の寸法、並びにいずれもねじれ角30度の2枚刃形状をもった超硬基体(ドリル)D-1〜D-8をそれぞれ製造した。

[0089] ついで、これらの超硬基体(ドリル)D-1〜D-8の切刃に、ホーニングを施し、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、同じく図2A、2Bまたは、図3A、3Bに示される蒸着装置に装入し、上記実施例4と同一の条件で、表23、24に示される目標組成および目標層厚の(Ti, Al)N層、並びに同じく表23、24に示される目標組成および目標層厚の潤滑性炭素系非晶質体の被膜を蒸着形成することにより、本発明被覆超硬工具としての本発明表面被覆超硬合金製ドリル(以下、本発明被覆超硬ドリルと云う)1〜19をそれぞれ製造した。

[0090] また、比較の目的で、上記の超硬基体(ドリル)D-1〜D-8の切刃に、ホーニングを施し、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、同じく図5A、5Bに示される蒸着装置に装入し、上記実施例4と同一の条件で、表25に示される目標層厚のTiN層

、並びに同じく表25に示される目標組成および目標層厚の潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成することにより、従来被覆超硬工具に相当する比較表面被覆超硬合金製ドリル(以下、比較被覆超硬ドリルと云う)1〜8をそれぞれ製造した。

[0091] つぎに、上記本発明被覆超硬ドリル1〜19および比較被覆超硬ドリル1〜8のうち、本発明被覆超硬ドリル1〜3, 9, 12〜14および比較被覆超硬ドリル1〜3については、

被削材:平面寸法:100mm×250mm、厚さ:50mmのJIS・A5052の板材、切削速度:290m/min.、

送り:0.4mm/rev、

穴深さ:6mm、

の条件でのAl合金の湿式高速穴あけ切削加工試験(通常の切削速度は120m/min. )、本発明被覆超硬ドリル4〜6, 10, 15〜17および比較被覆超硬ドリル4〜6については、

被削材:平面寸法:100mm×250mm、厚さ:50mmのJIS・S10Cの板材、

切削速度:265m/min.、

送り:0.5mm/rev、

穴深さ:12mm、

の条件での炭素鋼の湿式高速穴あけ切削加工試験(通常の切削速度は110m/min. )、本発明被覆超硬ドリル7, 8, 11, 18, 19および比較被覆超硬ドリル7, 8については、

被削材:平面寸法:100mm×250mm、厚さ:50mmのJIS・C3710の板材、

切削速度:265m/min.、

送り:0.6mm/rev、

穴深さ:20mm、

の条件でのCu合金の湿式高速穴あけ切削加工試験(通常の切削速度は110m/min. )、をそれぞれ行い、いずれの湿式穴あけ切削加工試験(水溶性切削油使用)でも先端切刃面の逃げ面摩耗幅が0.3mmに至るまでの穴あけ加工数を測定した。この測定結果を表23〜25にそれぞれ示した。

[0092] [表23]

種別	超硬 基体 番号	密着接合層				目標 膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	溶解性非晶質炭素被覆層				目標 膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	(C/N) 系結晶 相子径 (nm)	六あけ 加工数 ( $\times$ )
		目標組成(原子%)		IN	Ti		W	Ti	N	C+ 不純物			
		Ti	Al										
1	D-1	0.45	0.55	100	0.1	5.0	0.5	残り	30	16.5	9305		
2	D-2	0.55	0.45	100	3.0	15.0	7.5	残り	50	10.4	9734		
3	D-3	0.50	0.50	100	1.0	20.0	18.0	残り	7.0	31.5	10182		
4	D-4	0.60	0.40	100	1.5	5.0	20.0	14.0	残り	9.0	2841		
5	D-5	0.40	0.60	100	2.0	1.0	5.0	14.5	残り	26.0	2001		
6	D-6	0.50	0.50	100	2.5	15.0	10.0	0.1	残り	18.9	2795		
7	D-7	0.35	0.45	100	0.5	10.0	5.0	10.5	残り	13.0	1815		
8	D-8	0.45	0.55	100	1.5	20.0	5.0	15	残り	11.0	92		
9	D-2	0.35	0.45	100	3.0	10.0	0.5	10.0	残り	5.7	93.4		
10	D-5	0.60	0.40	100	1.5	14.0	4.0	30.0	残り	10	16.5		
11	D-8	0.50	0.50	100	2.5	1.0	3.0	25.0	残り	6	1341		
本角明密着超硬ドリル													

[0093] [表24]

種別	超硬 基体 番号	密着接合層				潤滑性非晶質炭素系被膜					加工数 (穴)
		目標組成(原子%)			目標 層厚 ( $\mu\text{m}$ )	目標組成(原子%)				目標 層厚 ( $\mu\text{m}$ )	(Ti/Al) (CN) 系結晶 粒子径 (nm)
		Ti	Al	N		Ti	Al	N	C+ 不純物		
12	D-1	0.45	0.55	1.00	0.1	100	15.0	22.5	残り	3.0	13.8
13	D-2	0.55	0.45	1.00	3.0	100	10.0	14.0	残り	5.0	10.4
14	D-3	0.50	0.50	1.00	1.0	100	6.7	8.3	残り	7.0	7.6
15	D-4	0.60	0.40	1.00	1.5	100	8.0	3.9	残り	9.0	26.4
16	D-5	0.40	0.60	1.00	2.0	75	7.5	9.0	残り	6.0	20.9
17	D-6	0.50	0.50	1.00	2.5	25	1.6	0.4	残り	9.0	15.3
18	D-7	0.55	0.45	1.00	0.5	45	5.5	4.0	残り	13.0	8.6
19	D-8	0.45	0.55	1.00	1.5	100	4.5	7.0	残り	11.0	30.2
本発明 より超硬 基体超硬											4198

[0094] [表25]

種別		超硬 基体 記号	TiN 層の目 標層厚 ( $\mu\text{m}$ )	潤滑性非晶質炭素系被膜						穴あけ 加工数 (穴)
				目標組成(原子%)					目標 層厚 ( $\mu\text{m}$ )	
				W	Ti	Al	N	C+ (不純物)		
比較被覆超硬ドリル	1	D-1	0.1	5	—	—	—	残り	3	4015
	2	D-2	3	10	—	—	—	残り	5	4293
	3	D-3	1	15	—	—	—	残り	7	4649
	4	D-4	1.5	10	—	—	—	残り	9	1163
	5	D-5	2	15	—	—	—	残り	6	855
	6	D-6	2.5	20	—	—	—	残り	9	1284
	7	D-7	0.5	15	—	—	—	残り	13	2185
	8	D-8	1.5	10	—	—	—	残り	11	1769

[0095] この結果得られた本発明被覆超硬工具としての本発明被覆超硬チップ1, 1' ～4, 42'、本発明被覆超硬エンドミル1～19、および本発明被覆超硬ドリル1～19、並びに従来被覆超硬工具に相当する比較被覆超硬チップ1, 1' ～16, 16'、比較被覆超硬エンドミル1～8、および比較被覆超硬ドリル1～8を構成する密着接合層および潤滑性非晶質炭素系被膜について、その組成をオージェ分光分析装置、その層厚を走査型電子顕微鏡を用いて測定したところ、いずれも目標組成および目標層厚と実質的に同じ組成および平均層厚(断面5箇所(の平均値))を示し、また、その組織を透過型電子顕微鏡を用いて観察したところ、前記本発明被覆超硬工具は、炭素系非晶質体の素地に、結晶質のTi-Al系(C, N)微粒が分散分布した組織を示し、一方前記従来被覆超硬工具は、炭素系非晶質体の単一相からなる組織を示した。

[0096] 表16～25に示される結果から、潤滑性非晶質炭素系被膜が、炭素系非晶質体の素地に、結晶質のTi-Al系(C, N)微粒が分散分布した組織を有する本発明被覆超硬工具は、いずれもAl合金やCu合金、さらに鋼の切削加工を、高速条件で行なった場合にも、すぐれた耐摩耗性を発揮するのに対して、潤滑性非晶質炭素系被膜が、炭素系非晶質体の単一相からなる組織を有する従来被覆超硬工具(比較被覆超硬工具)においては、高速切削条件では、前記潤滑性非晶質炭素系被膜の摩耗進行がきわめて速く、比較的短時間で使用寿命に至ることが明らかである。

## 実施例 7

- [0097] 原料粉末として、いずれも $1\sim 3\mu\text{m}$ の平均粒径を有するWC粉末、TiC粉末、ZrC粉末、VC粉末、TaC粉末、NbC粉末、 $\text{Cr}_3\text{C}_2$ 粉末、TiN粉末、Ta<sub>3</sub>N粉末、およびCo粉末を用意し、これら原料粉末を、表26に示される配合組成に配合し、ボールミルで60時間湿式混合し、乾燥した後、100MPaの圧力で圧粉体にプレス成形し、この圧粉体を6Paの真空中、温度:1400°Cに1時間保持の条件で焼結し、焼結後、研磨加工を施してISO規格・TEGX160304Rのチップ形状をもったWC基超硬合金製の超硬基体A-1〜A-10を形成した。
- [0098] また、原料粉末として、いずれも $0.5\sim 2\mu\text{m}$ の平均粒径を有するTiCN(重量比でTiC/TiN=50/50)粉末、 $\text{Mo}_2\text{C}$ 粉末、ZrC粉末、NbC粉末、TaC粉末、WC粉末、Co粉末、およびNi粉末を用意し、これら原料粉末を、表27に示される配合組成に配合し、ボールミルで48時間湿式混合し、乾燥した後、100MPaの圧力で圧粉体にプレス成形し、この圧粉体を2kPaの窒素雰囲気中、温度:1500°Cに1時間保持の条件で焼結し、焼結後、研磨加工を施してISO規格・TEGX160304Rのチップ形状をもったTiCN系超硬製の超硬基体B-1〜B-6を形成した。
- [0099] (a) つぎに、図4A、4Bに示されるアークイオンプレーティング装置、すなわち装置中央部に超硬基体装着用回転テーブルを設け、前記回転テーブルを挟んで、一方側に相対的にAl含有量の高いAl-Ti合金、他方側に相対的にTi含有量の高いTi-Al合金をそれぞれカソード電極(蒸発源)として装着し、さらに前記両カソード電極に対して90度回転した位置にカソード電極(蒸発源)として金属Crを装着したアークイオンプレーティング装置を用い、上記の超硬基体A-1〜A-10およびB-1〜B-6のそれぞれを、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、前記蒸着装置内の回転テーブル上の中心軸から半径方向に所定距離離れた位置に外周部にそって装着し、
- (b) まず、装置内を排気して0.1Pa以下の真空中に保持しながら、ヒーターで装置内を500°Cに加熱した後、前記回転テーブル上で自転しながら回転する超硬基体に−1000Vの直流バイアス電圧を印加し、かつカソード電極として装着した前記金属Crとアノード電極との間に100Aの電流を流してアーク放電を発生させ、もって超硬基

体表面を前記金属Crによってボンバード洗浄し、

(c) ついで装置内に反応ガスとして窒素ガスを導入して3Paの反応雰囲気とすると共に、前記回転テーブル上で自転しながら回転する超硬基体に-70Vの直流バイアス電圧を印加し、かつそれぞれ対向配置した両カソード電極(前記Ti最高含有点形成用Ti

-Al合金およびAl最高含有点形成用Al-Ti合金)とアノード電極との間に100Aの電流を流してアーク放電を発生させ、もって前記超硬基体の表面に、層厚方向に沿って表28, 29に示される目標組成のAl最高含有点とTi最高含有点とが交互に同じく表28, 29に示される目標間隔で繰り返し存在し、かつ前記Al最高含有点から前記Ti最高含有点、前記Ti最高含有点から前記Al最高含有点へAlおよびTi含有量がそれぞれ連続的に変化する組成変化構造を有し、かつ同じく表28, 29に示される目標層厚の(Al/Ti)N層を表面被覆層の下部層として蒸着形成し、

(d) つぎに、図2A, 2Bに示される蒸着装置、すなわち一方側のマグネトロンスパッタリング装置のカソード電極(蒸発源)として、純度:99.9質量%のTiターゲット、他方側のマグネトロンスパッタリング装置のカソード電極(蒸発源)として、純度:99.6質量%のWCターゲットを回転テーブルを挟んで対向配置した蒸着装置を用い、装置内の回転テーブル上に、これの中心軸から半径方向に所定距離離れた位置に上記の下部層形成の超硬基体をリング状に装着し、

(e) 電磁コイルに印加する条件を、電圧:50-100V、電流:10-20Aの範囲内の所定の値として、上記下部層形成の超硬基体の装着部における磁束密度を100-300G(ガウス)の範囲内の所定の値とし、前記蒸着装置内の加熱温度を400℃、前記超硬基体に-100Vのバイアス電圧を印加し、一方前記蒸着装置内には反応ガスとして、 $C_2H_2$ (炭化水素)と窒素とArを、 $C_2H_2$ 流量:25-100sccm、窒素流量:200-300sccm、Ar流量:150-250sccmの範囲内の所定の流量で導入して、反応雰囲気を、1Paの $C_2H_2$ の分解ガスと窒素とArの混合ガスとすると共に、前記両マグネトロンスパッタリング装置のWCターゲットのカソード電極(蒸発源)には、例えば出力:1-3kW(周波数:40kHz)の範囲内の所定のスパッタ電力、同Tiターゲットには、出力:3-8kW(周波数:40kHz)の範囲内の所定のスパッタ電力を同時に印加した条

件で、同じく表28に示される目標組成および目標層厚の非晶質炭素系潤滑層を上部層として蒸着形成することにより、本発明被覆超硬工具としての本発明表面被覆超硬合金製スローアウェイチップ(以下、本発明被覆チップと云う)1-26をそれぞれ製造した。

(f)さらに前記記載(d)に変わり、図3A, 3Bに示される蒸着装置、すなわち一方側のマグネトロンスパッタ寝具装置のカソード電極(蒸発源)として、所定の組成をもったTi-Al合金ターゲット、対方側のマグネトロンスパッタリング装置のカソード電極(蒸発源)として、純度99.6質量%のWCターゲットを回転テーブルを挟んで対向配置した蒸着装置を用い、装置内の回転テーブル上に、これの中心軸から半径方向に所定距離はなれた位置に上記(c)にて下部層を形成した超硬基体をリング状に装着し、

(g)電磁コイルに印加する条件を、電圧:50-100V、電流:10-20Aの範囲内の所定の値として、上記超硬基体の装着部における磁束密度を100-300G(ガウス)の範囲内の所定の値とし、前記蒸着装置内の加熱温度は400℃、上記超硬基体のバイアス電圧は-100Vとしたままで、前記蒸着装置内に反応ガスとして、 $C_2H_2$ (炭化水素)と窒素とArを、 $C_2H_2$ 流量:25-100sccm、窒素流量:200-300sccm、Ar流量:150-250sccmの範囲内の所定の流量で導入して、反応雰囲気、1Paの $C_2H_2$ の分解ガスと窒素とArの混合ガスとすると共に、前記両マグネトロンスパッタリング装置のWCターゲットのカソード電極(蒸発源)には、例えば出力:1-3kW(周波数:40kHz)の範囲内の所定のスパッタ電力、同Tiターゲットには、出力:3-8kW(周波数:40kHz)の範囲内の所定のスパッタ電力を同時に印加した条件で、同じく表29に示される目標組成および目標層厚の潤滑性非晶質炭素系被膜を蒸着形成することにより、本発明被覆超硬工具としての本発明表面被覆超硬合金製スローアウェイチップ(以下、本発明被覆超硬チップと云う)27-42をそれぞれ製造した。

[0100] (a)また、比較の目的で、上記の超硬基体A-1-A-10およびB-1-B-6を、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、それぞれ図6に示される蒸着装置、すなわちカソード電極(蒸発源)として所定組成を有するTi-Al合金がセットされたアーク放電装置と、カソード電極(蒸発源)としてWCターゲットがセットされたスパッタリング装置を備えた蒸着装置に装入し、

(b) まず、装置内を排気して0.1Pa以下の真空中に保持しながら、ヒーターで装置内を500℃に加熱した後、前記超硬基体に-1000Vの直流バイアス電圧を印加し、かつカソード電極の前記Ti-Al合金とアノード電極との間に100Aの電流を流してアーク放電を発生させ、もって超硬基体表面を前記Ti-Al合金でボンバード洗浄し、

(c) 上記装置内に反応ガスとして窒素ガスを導入して3Paの反応雰囲気とすると共に、前記超硬基体に印加するバイアス電圧を-100Vに下げて、前記Ti-Al合金のカソード電極とアノード電極との間にアーク放電を発生させ、もって前記超硬基体A-1〜A-10およびB-1〜B-6のそれぞれの表面に、表30に示される目標組成および目標層厚の(Ti, Al)N層を表面被覆層の下部層として蒸着形成し、

(d) ついで、上記蒸着装置内の加熱温度を200℃とした状態で、 $C_2H_2$ とArを、 $C_2H_2$ 流量:40〜80sccm、Ar流量:250sccmの範囲内の所定の流量で導入して、1Paの $C_2H_2$ の分解ガスとArの混合ガスからなる反応雰囲気とすると共に、上記の下部層形成の超硬基体に印加するバイアス電圧を-20Vとし、WCターゲットのカソード電極(蒸発源)には出力:4〜6kW(周波数:40kHz)の範囲内の所定のスパッタ電力を印加した条件で、上記下部層の上に、同じく表30に示される目標組成および目標層厚の非晶質炭素系潤滑層を蒸着形成することにより、従来被覆超硬工具に相当する比較表面被覆超硬合金製スローアウェイチップ(以下、比較被覆超硬チップと云う)1〜16をそれぞれ製造した。

[0101] つぎに、上記の各種の被覆チップを、いずれも工具鋼製バイトの先端部に固定治具にてネジ止めした状態で、本発明被覆チップ1〜42および比較被覆チップ1〜16について、

被削材:JIS・A5052の丸棒、

切削速度:800m/min.、

切り込み:7.3mm、

送り:0.1mm/rev.、

切削時間:20分、

の条件(切削条件A)でのAl合金の乾式連続高速高切り込み切削加工試験(通常の切削速度および切り込みは400m/min. および2mm)、

被削材:JIS・C3710の丸棒、

切削速度:380m/min.、

切り込み:6.8mm、

送り:0.13mm/rev.、

切削時間:20分、

の条件(切削条件B)でのCu合金の乾式連続高速高切り込み切削加工試験(通常の切削速度および切り込みは200m/min. および2mm)、

被削材:JIS・TB340Hの丸棒、

切削速度:150m/min.、

切り込み:6.4mm、

送り:0.11mm/rev.、

切削時間:15分、

の条件(切削条件C)でのTi合金の乾式連続高速高切り込み切削加工試験(通常の切削速度および切り込みは100m/min. および1.5mm)を行い、いずれの切削加工試験でも切刃の逃げ面摩耗幅を測定した。この測定結果を表28, 29に示した。

[0102] [表26]

種別	配 合 組 成 (質量%)									
	Co	TiC	ZrC	VC	TaC	NbC	Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	TiN	Ta <sub>2</sub> N	WC
A-1	10.5	8	—	—	8	1.5	—	—	—	残
A-2	7	—	—	—	—	—	—	—	—	残
A-3	5.7	—	—	—	4.5	0.5	—	—	—	残
A-4	5.7	—	—	—	—	—	1	—	—	残
A-5	8.6	—	0.5	—	—	—	0.5	—	—	残
A-6	9	—	—	—	2.5	1	—	—	—	残
A-7	9	8.5	—	—	8	3	—	—	—	残
A-8	11	8	—	—	4.5	—	—	1.5	—	残
A-9	12.5	2	—	—	—	—	—	1	2	残
A-10	14	—	—	0.2	—	—	0.8	—	—	残

超硬基体

種別	配合組成 (質量%)									
	Co	Ni	ZrO <sub>2</sub>	TaC	NbC	Mo <sub>2</sub> C	WC	TiCN		
B-1	13	5	—	10	—	10	16	残		
B-2	8	7	—	5	—	7.5	—	残		
B-3	5	—	—	—	—	6	10	残		
B-4	10	5	—	11	2	—	—	残		
B-5	9	4	1	8	—	10	10	残		
B-6	12	5.5	—	10	—	9.5	14.5	残		

[0104] [表28]

種別	組役 基体 番号	下部層 (Al/TiN層)					潤滑性非晶炭素系被膜					切削 条件 (A) °C	切削 条件 (B) °C	
		Al層含有量		Ti層含有量		面方向 の目標 間隔 ( $\mu\text{m}$ )	目標 厚さ ( $\mu\text{m}$ )	目標組成 (原子%)			目標 厚さ ( $\mu\text{m}$ )			系統組成 相子量 ( $\mu\text{m}$ )
		目標組成 (原子%)		目標組成 (原子%)				W	Ti	N		CH 不純物		
		A	Ti	N	Al	Ti	N	CT 不純物	目標 厚さ ( $\mu\text{m}$ )	目標 厚さ ( $\mu\text{m}$ )	系統組成 相子量 ( $\mu\text{m}$ )			
115	A-1	0.95	0.05	1.00	0.95	0.05	1.00	0.95	0.05	1.00	0.01	8.0	8.0	0.23
225	A-2	0.90	0.10	1.00	0.85	0.15	1.00	0.85	0.15	1.00	0.03	5.0	5.0	0.28
331	A-3	0.85	0.15	1.00	0.70	0.30	1.00	0.70	0.30	1.00	0.03	7.0	7.0	0.24
441	A-4	0.80	0.20	1.00	0.60	0.40	1.00	0.60	0.40	1.00	0.10	9.0	9.0	0.21
551	A-5	0.75	0.25	1.00	0.50	0.50	1.00	0.50	0.50	1.00	0.07	6.0	6.0	0.25
661	A-6	0.60	0.40	1.00	0.80	0.20	1.00	0.80	0.20	1.00	0.02	7.0	7.0	0.23
771	A-7	0.65	0.35	1.00	0.65	0.35	1.00	0.65	0.35	1.00	0.04	8.0	8.0	0.24
881	A-8	0.90	0.10	1.00	0.90	0.10	1.00	0.90	0.10	1.00	0.08	6.0	6.0	0.24
991	A-9	0.80	0.20	1.00	0.80	0.20	1.00	0.80	0.20	1.00	0.05	8.0	8.0	0.22
1101	A-10	0.70	0.30	1.00	0.75	0.25	1.00	0.75	0.25	1.00	0.08	10.0	10.0	0.28
1211	A-11	0.60	0.40	1.00	0.60	0.40	1.00	0.60	0.40	1.00	0.02	4.0	4.0	0.11
1321	A-12	0.50	0.50	1.00	0.75	0.25	1.00	0.75	0.25	1.00	0.08	8.0	8.0	0.13
1431	A-13	0.75	0.25	1.00	0.75	0.25	1.00	0.75	0.25	1.00	0.03	5.0	5.0	0.09
1541	A-14	0.85	0.15	1.00	0.90	0.10	1.00	0.90	0.10	1.00	0.01	3.0	3.0	0.03
1651	A-15	0.95	0.05	1.00	0.95	0.05	1.00	0.95	0.05	1.00	0.01	3.0	3.0	0.05
1761	A-16	0.90	0.10	1.00	0.95	0.05	1.00	0.95	0.05	1.00	0.04	7.0	7.0	0.23
1871	A-17	0.85	0.15	1.00	0.85	0.15	1.00	0.85	0.15	1.00	0.10	10.0	10.0	0.26
1981	A-18	0.80	0.20	1.00	0.80	0.20	1.00	0.80	0.20	1.00	0.01	8.0	8.0	0.28
2091	A-19	0.75	0.25	1.00	0.90	0.10	1.00	0.90	0.10	1.00	0.08	6.0	6.0	0.23
2201	A-20	0.70	0.30	1.00	0.80	0.20	1.00	0.80	0.20	1.00	0.06	10.0	10.0	0.24
2311	A-21	0.65	0.35	1.00	0.85	0.15	1.00	0.85	0.15	1.00	0.02	4.0	4.0	0.21
2421	A-22	0.60	0.40	1.00	0.95	0.05	1.00	0.95	0.05	1.00	0.01	7.0	7.0	0.25
2531	A-23	0.55	0.45	1.00	0.80	0.20	1.00	0.80	0.20	1.00	0.08	9.0	9.0	0.25
2641	A-24	0.50	0.50	1.00	0.80	0.20	1.00	0.80	0.20	1.00	0.02	5.0	5.0	0.18
2751	A-25	0.40	0.60	1.00	0.75	0.25	1.00	0.75	0.25	1.00	0.01	3.0	3.0	0.12
2861	A-26	0.30	0.70	1.00	0.75	0.25	1.00	0.75	0.25	1.00	0.02	10.0	10.0	0.22
2971	A-27	0.65	0.35	1.00	0.65	0.35	1.00	0.65	0.35	1.00	0.04	8.0	8.0	0.18
3081	A-28	0.60	0.40	1.00	0.60	0.40	1.00	0.60	0.40	1.00	0.01	3.0	3.0	0.15
3191	A-29	0.55	0.45	1.00	0.55	0.45	1.00	0.55	0.45	1.00	0.03	5.0	5.0	0.11
3301	A-30	0.50	0.50	1.00	0.50	0.50	1.00	0.50	0.50	1.00	0.05	7.0	7.0	0.07
3411	A-31	0.45	0.55	1.00	0.45	0.55	1.00	0.45	0.55	1.00	0.08	10.0	10.0	0.22
3521	A-32	0.40	0.60	1.00	0.40	0.60	1.00	0.40	0.60	1.00	0.01	3.0	3.0	0.13
3631	A-33	0.35	0.65	1.00	0.35	0.65	1.00	0.35	0.65	1.00	0.03	5.0	5.0	0.04
3741	A-34	0.30	0.70	1.00	0.30	0.70	1.00	0.30	0.70	1.00	0.05	7.0	7.0	0.02
3851	A-35	0.25	0.75	1.00	0.25	0.75	1.00	0.25	0.75	1.00	0.08	10.0	10.0	0.21
3961	A-36	0.20	0.80	1.00	0.20	0.80	1.00	0.20	0.80	1.00	0.01	3.0	3.0	0.12
4071	A-37	0.15	0.85	1.00	0.15	0.85	1.00	0.15	0.85	1.00	0.03	5.0	5.0	0.07
4181	A-38	0.10	0.90	1.00	0.10	0.90	1.00	0.10	0.90	1.00	0.05	7.0	7.0	0.04
4291	A-39	0.05	0.95	1.00	0.05	0.95	1.00	0.05	0.95	1.00	0.08	10.0	10.0	0.21
4401	A-40	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.01	3.0	3.0	0.13
4511	A-41	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.03	5.0	5.0	0.08
4621	A-42	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.05	7.0	7.0	0.05
4731	A-43	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.08	10.0	10.0	0.23
4841	A-44	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.01	3.0	3.0	0.28
4951	A-45	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.03	5.0	5.0	0.24
5061	A-46	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.05	7.0	7.0	0.21
5171	A-47	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.08	10.0	10.0	0.18
5281	A-48	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.01	3.0	3.0	0.15
5391	A-49	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.03	5.0	5.0	0.11
5501	A-50	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.05	7.0	7.0	0.07
5611	A-51	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.08	10.0	10.0	0.22
5721	A-52	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.01	3.0	3.0	0.13
5831	A-53	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.03	5.0	5.0	0.04
5941	A-54	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.05	7.0	7.0	0.02
6051	A-55	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.08	10.0	10.0	0.21
6161	A-56	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.01	3.0	3.0	0.12
6271	A-57	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.03	5.0	5.0	0.07
6381	A-58	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.05	7.0	7.0	0.04
6491	A-59	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.08	10.0	10.0	0.21
6601	A-60	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.01	3.0	3.0	0.13
6711	A-61	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.03	5.0	5.0	0.08
6821	A-62	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.05	7.0	7.0	0.05
6931	A-63	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.08	10.0	10.0	0.23
7041	A-64	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.01	3.0	3.0	0.28
7151	A-65	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.03	5.0	5.0	0.24
7261	A-66	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.05	7.0	7.0	0.21
7371	A-67	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.08	10.0	10.0	0.18
7481	A-68	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.01	3.0	3.0	0.15
7591	A-69	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.03	5.0	5.0	0.11
7701	A-70	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.05	7.0	7.0	0.07
7811	A-71	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.08	10.0	10.0	0.22
7921	A-72	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.01	3.0	3.0	0.13
8031	A-73	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.03	5.0	5.0	0.04
8141	A-74	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.05	7.0	7.0	0.02
8251	A-75	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.08	10.0	10.0	0.21
8361	A-76	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.01	3.0	3.0	0.12
8471	A-77	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.03	5.0	5.0	0.07
8581	A-78	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.05	7.0	7.0	0.04
8691	A-79	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.08	10.0	10.0	0.21
8801	A-80	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.01	3.0	3.0	0.13
8911	A-81	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.03	5.0	5.0	0.08
9021	A-82	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.05	7.0	7.0	0.05
9131	A-83	0.00	1.00	1.00	0.00	1.00	1.00	0.00						

種類	超硬 基体 番号	下部層 (Al/Ti/N層)						上部層 (非晶質炭素膜層)						目録 厚層 ( $\mu\text{m}$ )	(TiAl) (CN)系 結晶層 厚層( $\mu\text{m}$ )	切削 条件 A	切削 条件 B	切削 条件 C
		Al含有率			Ti含有率			目録組成(原子%)										
		Al	Ti	N	Al	Ti	N	W	Ti	Al	N	C+	不純物					
#27	A-1	0.95	0.05	1.00	0.95	0.05	1.00	8.0	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	7.0	33.4	0.11	0.22	
#28	A-2	0.90	0.10	1.00	0.85	0.15	1.00	8.0	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	8.0	26.3	0.14	0.25	
#29	A-3	0.85	0.15	1.00	0.70	0.30	1.00	8.0	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	8.0	22.3	0.13	0.23	
#30	A-4	0.80	0.20	1.00	0.60	0.40	1.00	8.0	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	8.0	12.5	0.09	0.14	
#31	A-5	0.75	0.25	1.00	0.50	0.50	1.00	8.0	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	8.0	8.6	0.13	0.14	
#32	A-6	0.60	0.40	1.00	0.30	0.70	1.00	8.0	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	7.0	29.3	0.11	0.22	
#33	A-7	0.65	0.35	1.00	0.65	0.35	1.00	8.0	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	7.0	29.3	0.11	0.22	
#34	A-8	0.90	0.10	1.00	0.80	0.20	1.00	8.0	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	8.0	26.6	0.11	0.21	
#35	A-9	0.80	0.20	1.00	0.80	0.20	1.00	8.0	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	8.0	26.6	0.11	0.21	
#36	A-10	0.70	0.30	1.00	0.70	0.30	1.00	8.0	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	8.0	26.6	0.11	0.21	
#37	B-1	0.90	0.10	1.00	0.85	0.15	1.00	8.0	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	8.0	26.6	0.11	0.21	
#38	B-2	0.85	0.15	1.00	0.85	0.15	1.00	8.0	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	8.0	26.6	0.11	0.21	
#39	B-3	0.80	0.20	1.00	0.80	0.20	1.00	8.0	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	8.0	26.6	0.11	0.21	
#40	B-4	0.75	0.25	1.00	0.75	0.25	1.00	8.0	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	8.0	26.6	0.11	0.21	
#41	B-5	0.70	0.30	1.00	0.70	0.30	1.00	8.0	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	8.0	26.6	0.11	0.21	
#42	B-6	0.65	0.35	1.00	0.65	0.35	1.00	8.0	5.0	10.0	15.0	22.5	残り	8.0	26.6	0.11	0.21	

[0106] [表30]

種別	超硬 基体 記号	表 面 被 覆 層									
		下部層〔Ti、Al〕N層					上部層〔非晶質炭素系潤滑層〕				
		目標組成(原子比)			目標 層厚 ( $\mu\text{m}$ )	目標組成(原子比)				目標 層厚 ( $\mu\text{m}$ )	
		Ti	Al	N		W	Ti	N	C+ 不純物		
比較被覆超硬チップ	1	A-1	0.50	0.50	1.00	8	5	—	—	残り	7
	2	A-2	0.55	0.45	1.00	5	10	—	—	残り	9
	3	A-3	0.60	0.40	1.00	7	15	—	—	残り	8
	4	A-4	0.40	0.60	1.00	9	20	—	—	残り	6
	5	A-5	0.45	0.55	1.00	6	5	—	—	残り	8
	6	A-6	0.60	0.40	1.00	7	10	—	—	残り	7
	7	A-7	0.50	0.50	1.00	6	15	—	—	残り	7
	8	A-8	0.55	0.45	1.00	8	20	—	—	残り	6
	9	A-9	0.40	0.60	1.00	5	10	—	—	残り	10
	10	A-10	0.45	0.55	1.00	10	15	—	—	残り	5
	11	B-1	0.60	0.40	1.00	7	5	—	—	残り	8
	12	B-2	0.50	0.50	1.00	5	10	—	—	残り	10
	13	B-3	0.45	0.55	1.00	8	15	—	—	残り	7
	14	B-4	0.55	0.45	1.00	10	20	—	—	残り	5
	15	B-5	0.50	0.50	1.00	6	10	—	—	残り	9
	16	B-6	0.60	0.40	1.00	9	15	—	—	残り	6

## 実施例 8

[0107] 原料粉末として、平均粒径:  $4.6\mu\text{m}$ を有する中粗粒WC粉末、同 $0.8\mu\text{m}$ の微粒WC粉末、同 $1.3\mu\text{m}$ のTaC粉末、同 $1.2\mu\text{m}$ のNbC粉末、同 $1.2\mu\text{m}$ のZrC粉末、同 $2.3\mu\text{m}$ の $\text{Cr}_3\text{C}_2$ 粉末、同 $1.5\mu\text{m}$ のVC粉末、同 $1.0\mu\text{m}$ の(Ti, W)C[質量比で、TiC/WC=50/50]粉末、および同 $1.8\mu\text{m}$ のCo粉末を用意し、これら原料粉末をそれぞれ表31に示される配合組成に配合し、さらにワックスを加えてアセトン中で24時間ボールミル混合し、減圧乾燥した後、100MPaの圧力で所定形状の各種の圧粉体にプレス成形し、これらの圧粉体を、6Paの真空雰囲気中、 $7^\circ\text{C}/\text{分}$ の昇温速度で $1370\sim 1470^\circ\text{C}$ の範囲内の所定の温度に昇温し、この温度に1時間保持後、炉冷の条件で焼結して、直径が8mm、13mm、および26mmの3種の超硬基体形成用丸棒焼結体を形成し、さらに前記の3種の丸棒焼結体から、研削加工にて、表31に示される組合せで、切刃部の直径×長さがそれぞれ6mm×13mm、10mm×22mm、および20mm×45mmの寸法、並びにいずれもねじれ角30度の4枚刃スクエア形状をもったWC基超硬合金製の超硬基体(エンドミル)C-1～C-8をそれぞれ製造した。

[0108] ついで、これらの超硬基体(エンドミル)C-1〜C-8の表面をアセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、同じく図4A, 4Bに示されるアークイオンプレーティング装置に装入し、上記実施例7と同一の条件で、層厚方向に沿って表32, 33に示される目標組成のAl最高含有点とTi最高含有点とが交互に同じく表7に示される目標間隔で繰り返して存在し、かつ前記Al最高含有点から前記Ti最高含有点、前記Ti最高含有点から前記Al最高含有点へAlおよびTi含有量がそれぞれ連続的に変化する組成変化構造を有し、かつ表32, 33に示される目標層厚の(Al/Ti)N層を表面被覆層の下部層(硬質層)として蒸着形成し、ついで前記下部層形成の超硬基体を同じく図2A, 2Bまたは、図3A, 3Bに示される蒸着装置に装入し、同じく表32, 33に示される目標組成および目標層厚の非晶質炭素系潤滑層を同上部層として蒸着形成することにより、本発明被覆超硬工具としての本発明表面被覆超硬製エンドミル(以下、本発明被覆エンドミルと云う)1〜19をそれぞれ製造した。

[0109] また、比較の目的で、上記の超硬基体(エンドミル)C-1〜C-8の表面をアセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、同じく図6に示される蒸着装置に装入し、上記実施例7と同一の条件で、同じく表34に示される目標組成および目標層厚の(Ti, Al)N層および非晶質炭素系潤滑層をそれぞれ表面被覆層の下部層および上部層として蒸着形成することにより、従来被覆超硬工具に相当する比較表面被覆超硬製エンドミル(以下、比較被覆エンドミルと云う)1〜8をそれぞれ製造した。

[0110] つぎに、上記本発明被覆エンドミル1〜19および比較被覆エンドミル1〜8のうち、本発明被覆エンドミル1〜3, 9, 12〜14および比較被覆エンドミル1〜3については

被削材—平面寸法: 100mm×250mm、厚さ: 50mmのJIS・C3710の板材、

切削速度: 180m/min.、

溝深さ(切り込み): 5mm、

テーブル送り: 485mm/分、

の条件でのCu合金の乾式高速高切り込み溝切削加工試験(通常の切削速度および溝深さは150m/min. および2mm)、本発明被覆エンドミル4〜6, 10, 15〜17および比較被覆エンドミル4〜6については、

被削材—平面寸法:100mm×250mm、厚さ:50mmのJIS・TP340Hの板材、

切削速度:185m/min.、

溝深さ(切り込み):8.1mm、

テーブル送り:455mm/分、

の条件でのTi合金の乾式高速高切り込み溝切削加工試験(通常の切削速度および溝深さは150m/min. および4mm)、本発明被覆エンドミル7, 8, 11, 18, 19および比較被覆エンドミル7, 8については、

被削材—平面寸法:100mm×250mm、厚さ:50mmのJIS・A5052の板材、

切削速度:205m/min.、

溝深さ(切り込み):16mm、

テーブル送り:500mm/分、

の条件でのTi合金の乾式高速高送り溝切削加工試験(通常の切削速度および溝深さは180m/min. および8mm)をそれぞれ行い、いずれの溝切削加工試験でも切削部の外周刃の逃げ面摩耗幅が使用寿命の目安とされる0.1mmに至るまでの切削溝長を測定した。この測定結果をそれぞれ表32〜34に示した。

[0111] [表31]

種別	配 合 組 成 ( 質 量 % )							切削部の 直径公差 (mm)
	Co	(Ti,W)/C	TaC	NbC	ZrC	Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub>	VC	WC
C-1	15	5	—	—	—	—	—	中粗粒 残
C-2	16	—	1	0.5	—	—	—	微粒 残
C-3	16	—	1	—	1	0.5	0.5	微粒 残
C-4	18	—	—	—	—	0.5	0.5	微粒 残
C-5	9	25	10	1	—	—	—	中粗粒 残
C-6	10	—	—	—	—	1	—	微粒 残
C-7	12	17	9	1	—	—	—	中粗粒 残
C-8	16	—	10	5	10	—	—	中粗粒 残

超硬合金の組成例

[0112] [表32]

種類	超硬 體 番 号	A最高含有量 目目標組成(原子%)		Ti最高含有量 目目標組成(原子%)		面点間 の目標 間隔 ( $\mu\text{m}$ )	目標 間隔 ( $\mu\text{m}$ )	目標組成(原子%)				目標 間隔 ( $\mu\text{m}$ )	Ti (CN) 系 化合物 ( $\mu\text{m}$ )	切削長 ( $\mu\text{m}$ )
		A	Ti	N	Al			Ti	N	Al	OT 系 化合物			
1	FC-1	0.85	0.15	100	0.80	0.09	1.5	20.0	10.0	0.0	0.0	25.4	117	
2	FC-2	0.70	0.30	100	0.80	0.06	3.0	10.0	15.0	13.5	3	23.6	143	
3	FC-3	0.85	0.05	100	0.70	0.030	2.0	5.0	5.0	10	2	18.8	128	
4	FC-4	0.65	0.35	100	0.95	0.05	4.0	5.0	5.0	0.5	4	32.5	88.8	
5	FC-5	0.80	0.10	100	0.85	0.15	2.0	10.0	10.0	50	2	24.1	53	
6	FC-6	0.80	0.20	100	0.65	0.30	3.0	20.0	20.0	18.0	3	39.1	84	
7	FC-7	0.75	0.25	100	0.70	0.30	5.0	15.0	15.0	10.0	4	24.8	148	
8	FC-8	0.90	0.10	100	0.90	0.10	5.0	10.0	10.0	2.5	2	16.5	40	
9	FC-9	0.95	0.05	100	0.70	0.30	2.0	40.0	40.0	30.0	2	79.9	144	
10	FC-10	0.90	0.10	100	0.85	0.15	2.0	40.0	40.0	30.0	2	13.8	65	
11	FC-11	0.75	0.25	100	0.70	0.30	5.0	10.0	10.0	25.0	6	38.6	108	

[0113] [表33]

材料	絶縁 層	下部層 (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /TiN層)					上部層 (非晶質炭素薄膜)					膜厚 (nm)
		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 含有率 (原子%)	膜厚 (nm)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 含有率 (原子%)	膜厚 (nm)	膜厚 (nm)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 含有率 (原子%)	膜厚 (nm)	膜厚 (nm)	膜厚 (nm)	膜厚 (nm)	
122	C-1	0.85	100	0.80	100	0.09	100	100	100	100	143	128
131	C-2	0.70	100	0.80	100	0.06	100	100	100	100	105	156
141	C-3	0.85	100	0.70	100	0.07	100	100	100	100	92.8	139
151	C-4	0.85	100	0.85	100	0.03	100	100	100	100	124	78
161	C-5	0.80	100	0.85	100	0.05	100	100	100	100	7.6	59
171	C-6	0.80	100	0.85	100	0.01	100	100	100	100	21.8	71
181	C-7	0.75	100	0.70	100	0.03	100	100	100	100	11.6	158
191	C-8	0.80	100	0.80	100	0.10	100	100	100	100	10.7	153

[0114] [表34]

種別	超硬 基体 記号	表面被覆層										切削 溝長
		下部層(Ti, Al)N層					上部層(非晶質炭素系潤滑層)					
		目標組成(原子比)			目標 厚度 ( $\mu\text{m}$ )	目標組成(原子比)			目標 厚度 ( $\mu\text{m}$ )			
		Ti	Al	N	Ti	N	C+ 不純物					
1	C-1	0.45	0.55	1.00	1.5	20	—	—	残り	1	36mm※	
2	C-2	0.55	0.45	1.00	3	10	—	—	残り	3	48mm※	
3	C-3	0.40	0.60	1.00	2	5	—	—	残り	2	41mm※	
4	C-4	0.60	0.40	1.00	4	5	—	—	残り	4	22mm※	
5	C-5	0.50	0.50	1.00	2	10	—	—	残り	2	14mm※	
6	C-6	0.40	0.60	1.00	3	20	—	—	残り	3	18mm※	
7	C-7	0.55	0.45	1.00	5	15	—	—	残り	4	56mm※	
8	C-8	0.45	0.55	1.00	5	10	—	—	残り	2	51mm※	

比較被覆超硬工具加工

(表中、※印は表面被覆層に発生したクラックが原因で使用寿命に至るまでの切削溝長を示す)

### 実施例 9

[0115] 上記の実施例8で製造した直径が8mm(超硬基体C-1〜C-3形成用)、13mm(超硬基体C-4〜C-6形成用)、および26mm(超硬基体C-7、C-8形成用)の3種の丸棒焼結体を用い、この3種の丸棒焼結体から、研削加工にて、溝形成部の直径×長さがそれぞれ4mm×13mm(超硬基体D-1〜D-3)、8mm×22mm(超硬基体D-4〜D-6)、および16mm×45mm(超硬基体D-7、D-8)の寸法、並びにいずれもねじれ角30度の2枚刃形状をもったWC基超硬合金製の超硬基体(ドリル)D-1〜D-8をそれぞれ製造した。

- [0116] ついで、これらの超硬基体(ドリル)D-1〜D-8の切刃に、ホーニングを施し、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、同じく図4A, 4Bに示されるアークイオンプレーティング装置に装入し、上記実施例7と同一の条件で、層厚方向に沿って表35, 36に示される目標組成のAl最高含有点とTi最高含有点とが交互に同じく表35, 36に示される目標間隔で繰り返し存在し、かつ前記Al最高含有点から前記Ti最高含有点、前記Ti最高含有点から前記Al最高含有点へAlおよびTi含有量がそれぞれ連続的に変化する組成変化構造を有し、かつ表35, 36に示される目標層厚の(Al/Ti)N層を表面被覆層の下部層(硬質層)として蒸着形成し、ついで前記下部層形成の超硬基体を同じく図2A, 2Bまたは、図3A, 3Bに示される蒸着装置に装入し、同じく表35, 36に示される目標組成および目標層厚の非晶質炭素系潤滑層を同上部層として蒸着形成することにより、本発明被覆超硬工具としての本発明表面被覆超硬製ドリル(以下、本発明被覆ドリルと云う)1〜19をそれぞれ製造した。
- [0117] また、比較の目的で、上記の超硬基体(ドリル)D-1〜D-8の表面に、ホーニングを施し、アセトン中で超音波洗浄し、乾燥した状態で、同じく図6に示される蒸着装置に装入し、上記実施例7と同一の条件で、同じく表37に示される目標組成および目標層厚を有する(Ti, Al)N層および非晶質炭素系潤滑層をそれぞれ表面被覆層の下部層および上部層として蒸着形成することにより、従来被覆超硬工具に相当する比較表面被覆超硬製ドリル(以下、比較被覆ドリルと云う)1〜8をそれぞれ製造した。
- [0118] つぎに、上記本発明被覆ドリル1〜19および比較被覆ドリル1〜8のうち、本発明被覆ドリル1〜3, 9, 12〜14および比較被覆ドリル1〜3については、  
被削材—平面寸法:100mm×250mm、厚さ:50mmのJIS・A5052の板材、  
切削速度:115m/min.、  
送り:0.52mm/rev、  
穴深さ:6mm、  
の条件でのAl合金の湿式高速高送り穴あけ切削加工試験(通常の切削速度および送りは80m/min. および0.2mm/rev)、本発明被覆ドリル4〜6, 10, 15〜17および比較被覆ドリル4〜6については、  
被削材—平面寸法:100mm×250mm、厚さ:50mmのJIS・C3710の板材、

切削速度:110m/min.、

送り:0.57mm/rev、

穴深さ:12mm、

の条件でのCu合金の湿式高速高送り穴あけ切削加工試験(通常の切削速度および送りは80m/min. および0.25mm/rev)、本発明被覆ドリル7, 8, 11, 18, 19および比較被覆ドリル7, 8については、

被削材—平面寸法:100mm×250mm、厚さ:50mmのJIS・TP340Hの板材、

切削速度:65m/min.、

送り:0.52mm/rev、

穴深さ:20mm、

の条件でのTi合金の湿式高速高送り穴あけ切削加工試験(通常の切削速度および送りは40m/min. および0.2mm/rev)、をそれぞれ行い、いずれの湿式高速高送り穴あけ切削加工試験(水溶性切削油使用)でも先端切刃面の逃げ面摩耗幅が0.3mmに至るまでの穴あけ加工数を測定した。この測定結果をそれぞれ表35～37に示した。

[0119] [表35]

[illegible]

[0120] [表36]

[illegible]

[0121] [表37]

種別	超硬 基体 記号	表面被覆層										穴あけ 加工数
		下部層〔Ti, Al〕N層〕					上部層〔非晶質炭素系潤滑層〕					
		目標組成(原子比)			目標 層厚 ( $\mu\text{m}$ )	目標組成(原子比)				目標 層厚 ( $\mu\text{m}$ )		
		Ti	Al	N		W	Ti	N	C+ 不純物			
1	D-1	0.55	0.45	1.00	5	5	—	—	残り	5	4122穴※	
2	D-2	0.45	0.55	1.00	4	15	—	—	残り	4	4081穴※	
3	D-3	0.50	0.50	1.00	3	20	—	—	残り	3	3659穴※	
4	D-4	0.60	0.40	1.00	7	5	—	—	残り	4	2336穴※	
5	D-5	0.50	0.50	1.00	6	10	—	—	残り	3	2223穴※	
6	D-6	0.40	0.60	1.00	5	15	—	—	残り	3	2115穴※	
7	D-7	0.55	0.45	1.00	5	10	—	—	残り	3	1211穴※	
8	D-8	0.45	0.55	1.00	7	20	—	—	残り	5	1359穴※	

比較被覆超硬下りル

(表中、※印は表面被覆層に発生したチャippingが原因使用壽命に至るまでの穴あけ加工数を示す)

- [0122] この結果得られた本発明被覆超硬工具としての本発明被覆超硬チップ1〜42、本発明被覆超硬エンドミル1〜19、および本発明被覆超硬ドリル1〜19、並びに従来被覆超硬工具としての比較被覆超硬チップ1〜16、比較被覆超硬エンドミル1〜8、および比較被覆超硬ドリル1〜8を構成する表面被覆層の下部層を構成する(AI/Ti)N層および(Ti, Al)N層について、厚さ方向に沿ってAlおよびTi成分の含有量をオージェ分光分析装置、その層厚を走査型電子顕微鏡を用いて測定したところ、前

記本発明被覆超硬工具の(Al/Ti)N層では、Al最高含有点とTi最高含有点とがそれぞれ目標値と実質的に同じ組成および間隔で交互に繰り返して存在し、かつ前記Al最高含有点から前記Ti最高含有点、前記Ti最高含有点から前記Al最高含有点へAlおよびTi含有量がそれぞれ連続的に変化する組成変化構造を有することが確認され、さらに平均層厚も目標層厚と実質的に同じ値を示した。一方、前記従来被覆超硬工具の(Ti, Al)N層では、目標組成と実質的に同じ組成および目標層厚と実質的に同じ平均層厚を示すものの、厚さ方向に沿った組成変化は見られず、層全体に亘って均質な組成を示すものであった。

さらに、同上部層を構成する非晶質炭素系潤滑層についても、その組成をオージェ分光分析装置、その層厚を走査型電子顕微鏡を用いて測定したところ、いずれも目標組成および目標層厚と実質的に同じ組成および平均層厚(断面5箇所平均値)を示し、また、その組織を透過型電子顕微鏡を用いて観察したところ、前記本発明被覆超硬工具は、図1Aに示される通りW成分含有の炭素系非晶質体の素地に、結晶質のTi(C, N)系化合物微粒が分散分布した組織を示し、一方前記従来被覆超硬工具は、炭素系非晶質体の単一相からなる組織を示した。

[0123] 表28〜37に示される結果から、本発明被覆超硬工具は、いずれも著しい高熱発生および高い機械的衝撃を伴う非鉄材料の高速重切削でも、表面被覆層の下部層である(Al/Ti)N層がすぐれた高温硬さと耐熱性、さらにすぐれた高温強度を有し、かつ同上部層である非晶質炭素系潤滑層が、W成分含有の炭素系非晶質体の素地に、結晶質のTi(C, N)系化合物微粒が分散分布した組織を有し、すぐれた高温強度を具備することから、表面被覆層にチップングの発生なく、すぐれた耐摩耗性を長期に亘って発揮するのに対して、表面被覆層の下部層が(Ti, Al)N層、同上部層が炭素系非晶質体の単一相からなる組織を有する非晶質炭素系潤滑層で構成された従来被覆超硬工具においては、いずれも非鉄材料の高速重切削加工では表面被覆層の摩耗進行が速く、かつチップングも発生することから、比較的短時間で使用寿命に至ることが明らかである。

[0124] 以上、本発明の好ましい実施例を説明したが、本発明はこれら実施例に限定されることはない。本発明の趣旨を逸脱しない範囲で、構成の付加、省略、置換、およびそ

の他の変更が可能である。本発明は前述した説明によって限定されることはなく、添付のクレームの範囲によってのみ限定される。

#### 産業上の利用可能性

[0125] 上述のように、この発明の被覆超硬工具は、通常の条件での切削加工は勿論のこと、特に各種の被削材の切削加工を、高速切削条件で行なった場合にも、すぐれた耐摩耗性を発揮するものであるから、切削加工の省力化および省エネ化、さらに低コスト化に十分満足に対応できるものである。

3 また、この発明の被覆超硬工具は、特に各種の非鉄材料などの通常の切削条件での切削加工は勿論のこと、特に高い発熱および機械的衝撃を伴う高速重切削加工でもすぐれた耐摩耗性を発揮し、長期に亘ってすぐれた切削性能を示すものであるから、切削加工装置の高性能化および自動化、並びに切削加工の省力化および省エネ化、さらに低コスト化に十分満足に対応できるものである。

## 請求の範囲

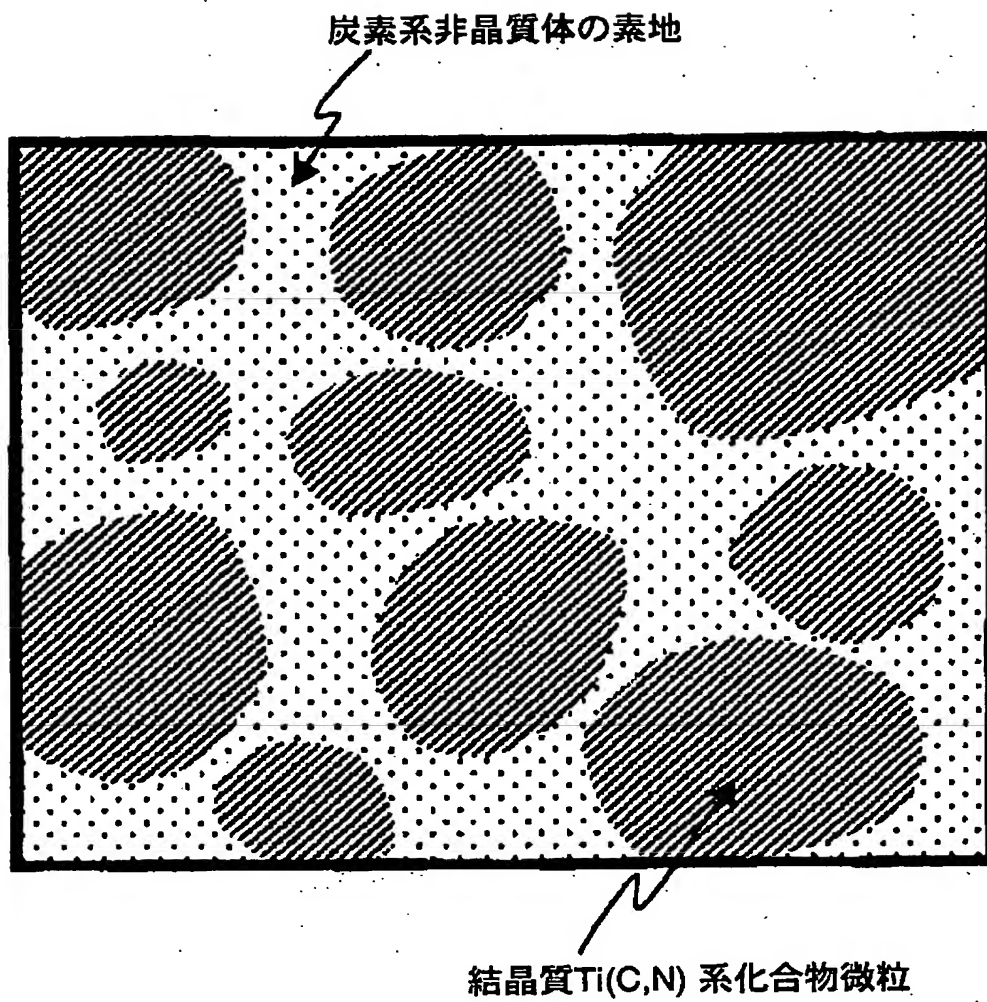
- [1] 硬質基体と;  
前記硬質基体の表面上に形成され、Ti,Alのうちの少なくとも1種およびN, Cのうちの少なくとも1種からなる複合化合物を含みかつ0.1〜3  $\mu$ mの平均層厚を有する下部層と;  
前記下部層上に形成され、Wを含有する炭素系非晶質体の素地中に結晶質Ti(C, N)系化合物微粒または結晶質(Ti,Al)(C, N)系化合物微粒が分散分布した組織を示し、かつ1〜13  $\mu$ mの平均層厚を有する上部層と;を備えた表面被覆切削工具。
- [2] 請求項1記載の表面被覆切削工具であって、前記上部層は、W:5〜20原子%、Ti:5〜30原子%、N:0.5〜30原子%を含有し、残りがCおよび不可避不純物からなる組成を有する非晶質炭素系潤滑層からなる。
- [3] 請求項1記載の表面被覆切削工具であって、前記上部層は、W:5〜20原子%、Ti:5〜20原子%、N:0.5〜18原子%を含有し、残りがCおよび不可避不純物からなる組成を有する非晶質炭素系潤滑層からなる。
- [4] 請求項1記載の表面被覆切削工具であって、前記上部層は、W:10〜40原子%、Ti:0.5〜4原子%、N:10〜30原子%を含有し、残りがCおよび不可避不純物からなる組成を有する非晶質炭素系潤滑層からなる。
- [5] 請求項1記載の表面被覆切削工具であって、前記上部層は、W:5〜20原子%、Ti:2.5〜10原子%、N:0.4〜22.5原子%、Al:1.6〜15原子%を含有し、残りがCおよび不可避不純物からなる組成を有する非晶質炭素系潤滑層からなる。
- [6] 請求項1記載の表面被覆切削工具であって、前記上部層は、炭素系非晶質体を含み、前記炭素系非晶質体の素地中の結晶質Ti(C, N)系化合物微粒または結晶質(Ti,Al)(C, N)系化合物微粒の平均粒度が、透過型電子顕微鏡による観察で、40nm以下である。
- [7] 請求項1記載の表面被覆切削工具であって、前記上部層は、炭素系非晶質体を含み、前記炭素系非晶質体の素地中の結晶質Ti(C, N)系化合物微粒または結晶質(Ti,Al)(C, N)系化合物微粒の平均粒度が、透過型電子顕微鏡による観察で、

20nm以下である。

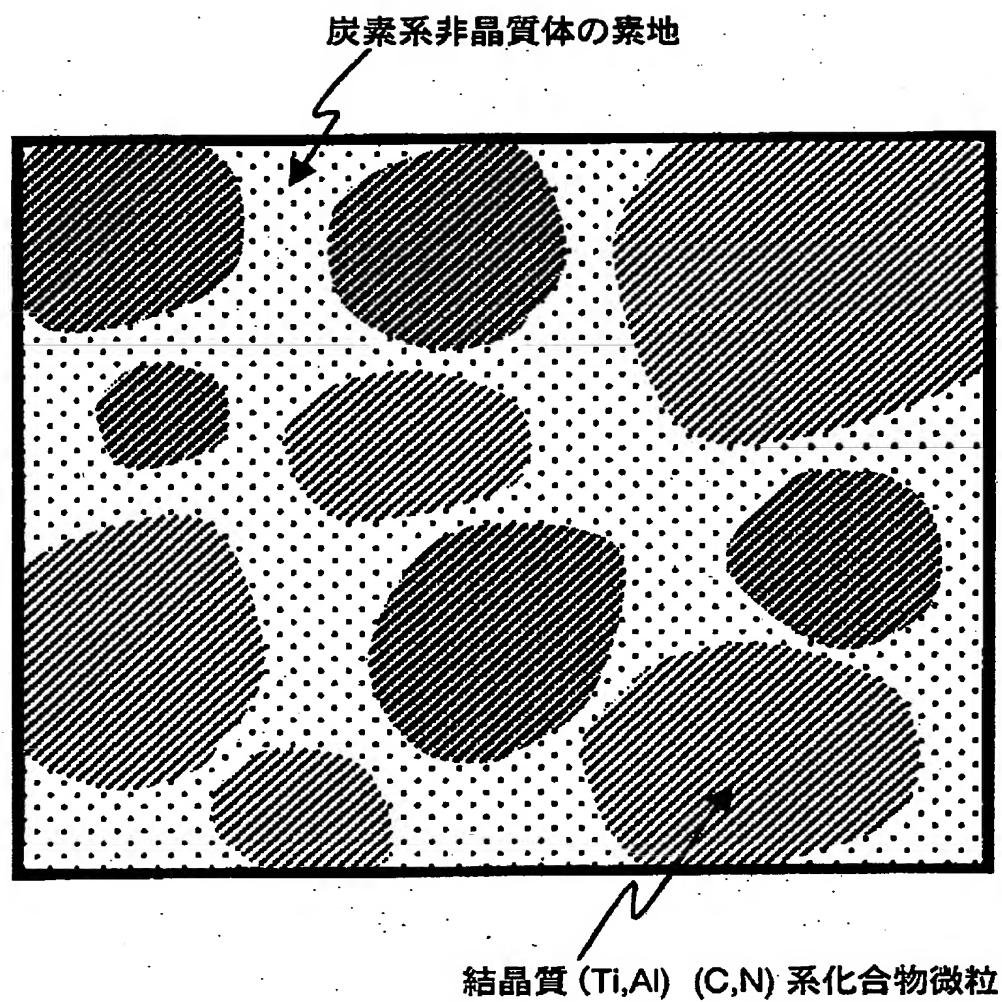
- [8] 請求項1記載の表面被覆切削工具であって、前記上部層は、炭素系非晶質体を含み、前記炭素系非晶質体の素地中の結晶質Ti(C, N)系化合物微粒または結晶質(Ti,Al)(C, N)系化合物微粒の平均粒度が、透過型電子顕微鏡による観察で、10nm以下である。
- [9] 請求項1記載の表面被覆切削工具であって、前記下部層は、TiN層およびTiCN層の少なくとも一方からなる。
- [10] 請求項1記載の表面被覆切削工具であって、前記下部層は、組成式  $(\text{Ti}_{1-x}, \text{Al}_x)\text{N}$  (但しXは原子比で、0.40〜0.60を示す)を満足するTiとAlの複合窒化物層からなる。
- [11] 請求項1記載の表面被覆切削工具であって、前記下部層は、膜厚方向にそって、Al最高含有点とTi最高含有点とが所定間隔をおいて交互に繰り返して存在し、かつ前記Al最高含有点からTi最高含有点、前記Ti最高含有点から前記Al最高含有点へAlおよびTi含有量がそれぞれ連続的に変化する組成濃度分布構造を有し、さらに、前記Al最高含有点が組成式  $(\text{Al}_{1-x})\text{N}$  (但しXは原子比で、0.05〜0.35を示す)、前記Ti最高含有点が組成式  $(\text{Ti}_{1-x}, \text{Al}_x)\text{N}$  (但しXは原子比で、0.05〜0.35を示す)を満足し、かつ隣り合うAl最高含有点の間隔が、0.01〜0.1  $\mu\text{m}$ である組成変化構造を有するTiとAlの複合窒化物層からなる。
- [12] 請求項1記載の表面被覆切削工具であって、前記硬質基体は、炭化タングステン基超硬合金からなる。
- [13] 請求項1記載の表面被覆切削工具であって、前記硬質基体は、炭窒化チタン基サーメットからなる。
- [14] 硬質基体を準備する段階と;  
マグネトロンスパッタリング装置を用い、カソード電極としてTiターゲットまたはTi-Al合金ターゲットを用い、窒素とArの混合ガス、または炭化水素の分解ガスと窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気中かつ磁場中において、Ti, Alのうちの少なくとも1種およびN, Cのうちの少なくとも1種からなる複合化合物を含みかつ0.1〜3  $\mu\text{m}$ の平均層厚を有する下部層を前記硬質基体表面上に形成する段階と;

前記マグネトロンスパッタリング装置を用い、カソード電極として炭化タングステンターゲットとTiターゲットまたはTi-Al合金ターゲットを用い、炭化水素の分解ガスと窒素とArの混合ガスからなる反応雰囲気中かつ磁場中において、Wを含有する炭素系非晶質体の素地中に結晶質Ti(C, N)系化合物微粒または結晶質(Ti, Al)(C, N)系化合物微粒が分散分布した組織を示し、かつ1-13  $\mu$ mの平均層厚を有する上部層を前記下部層上に形成する段階と;を含む、表面被覆切削工具の製造方法。

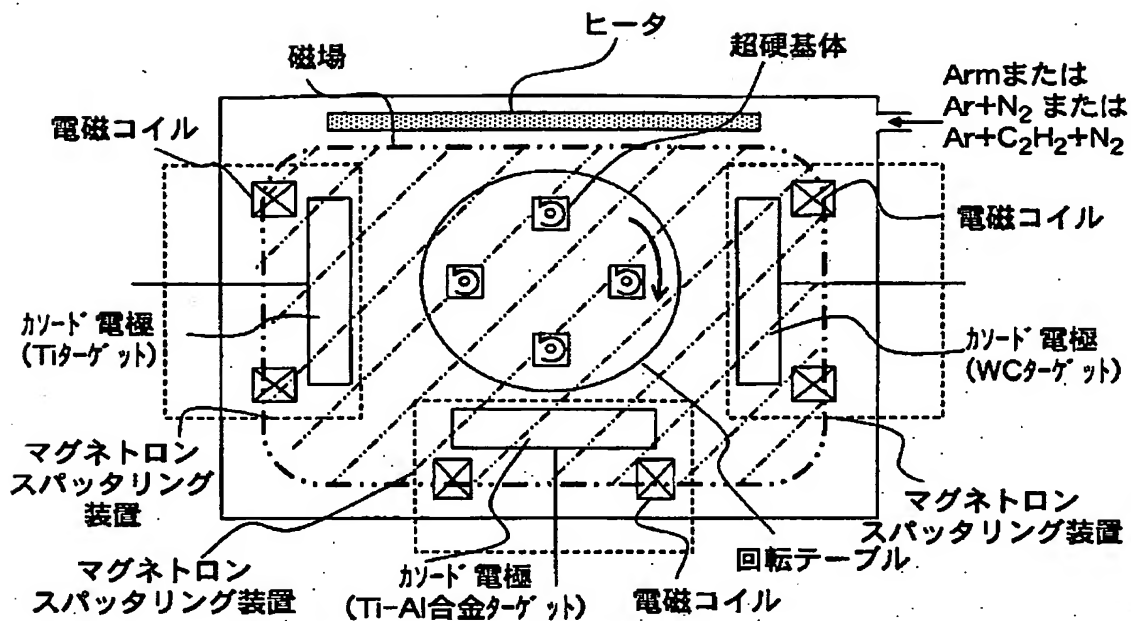
[図1A]



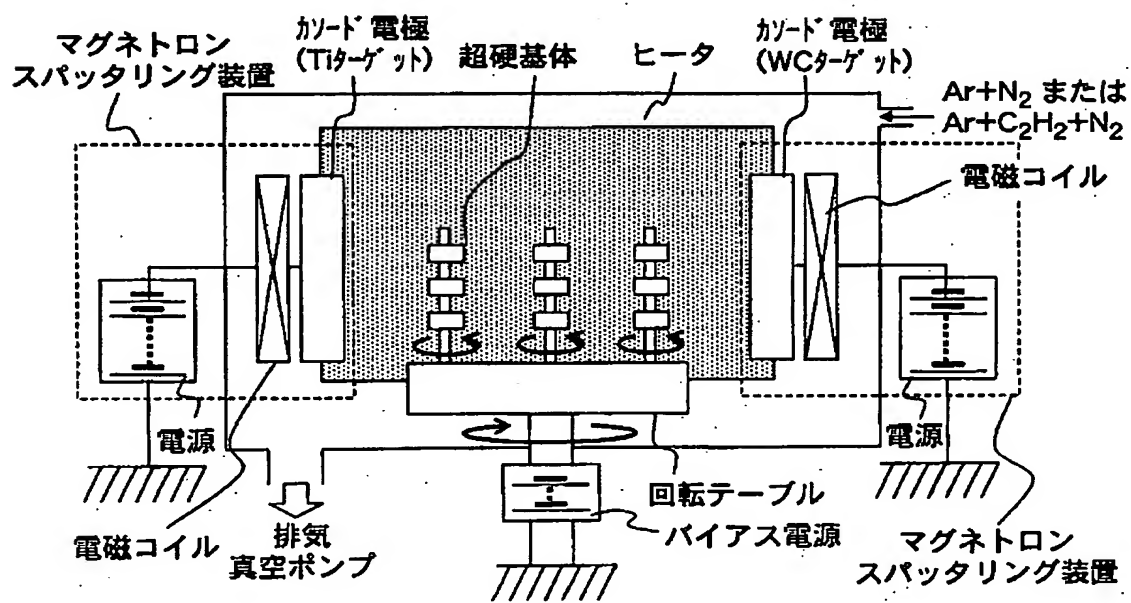
[図1B]



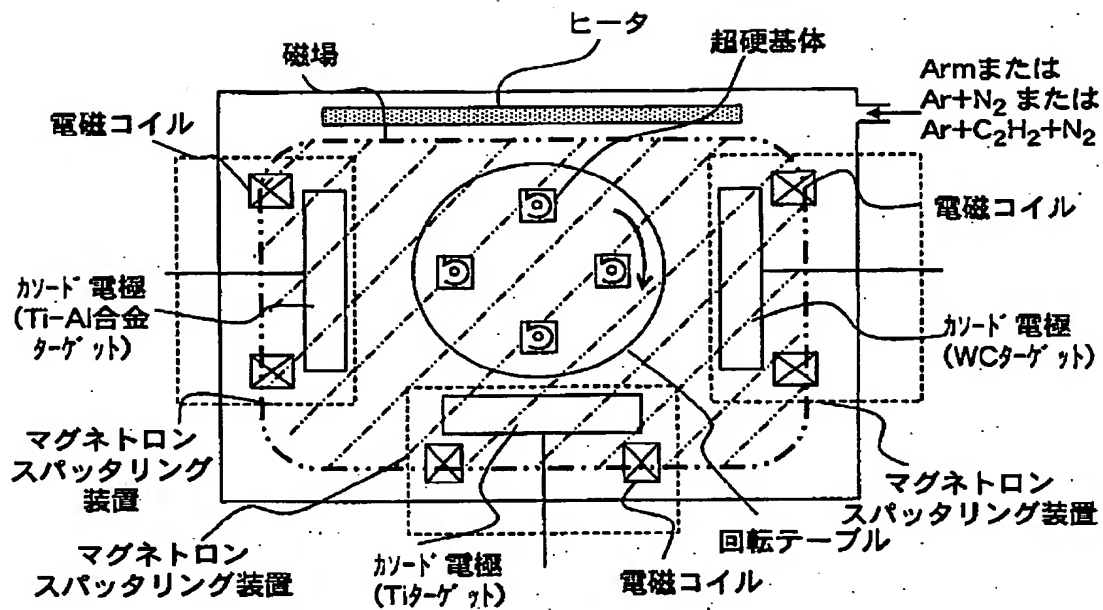
[図2A]



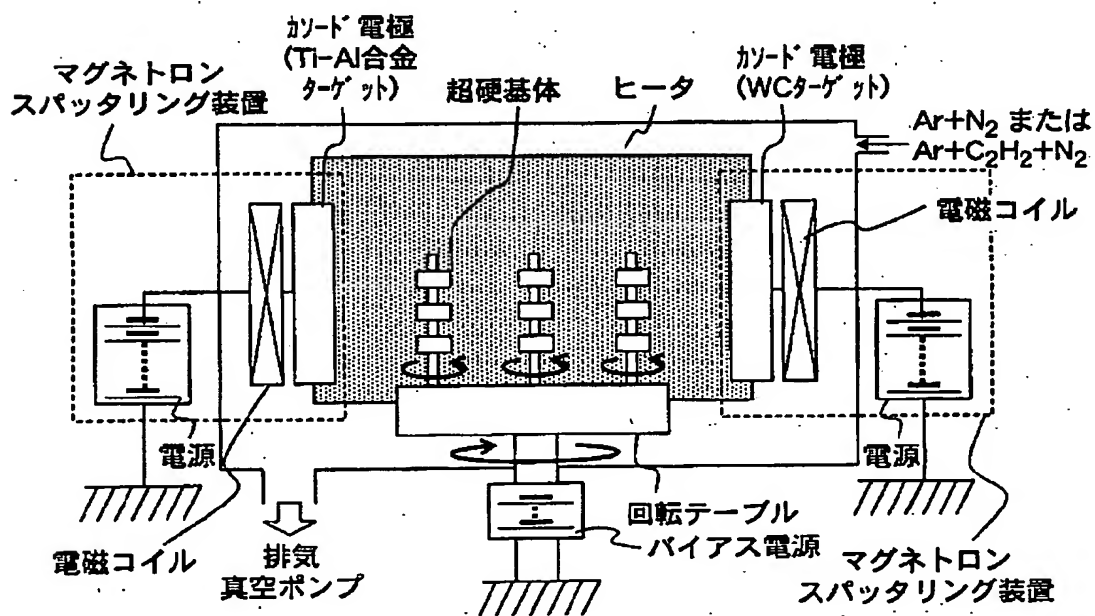
[図2B]



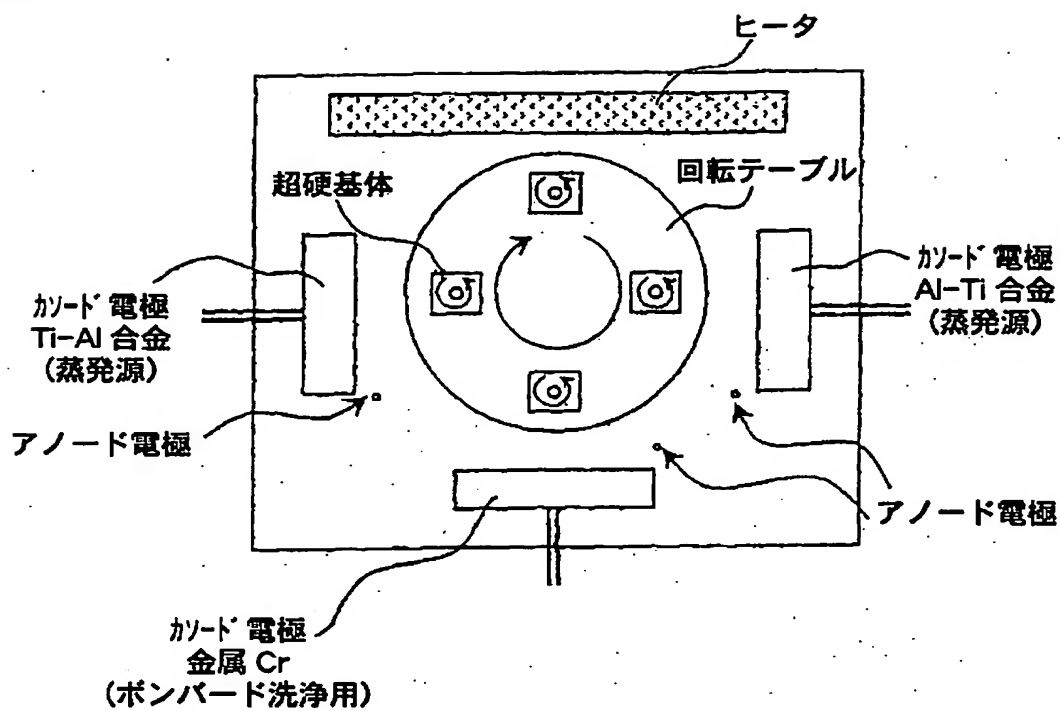
[図3A]



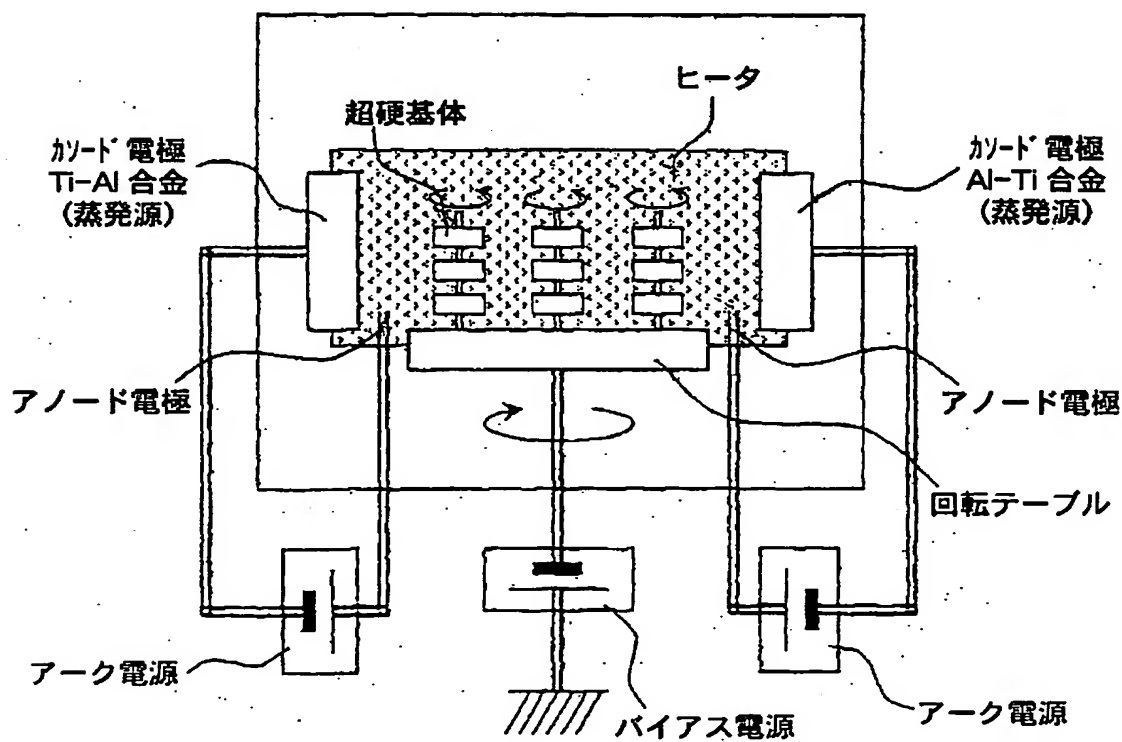
[図3B]



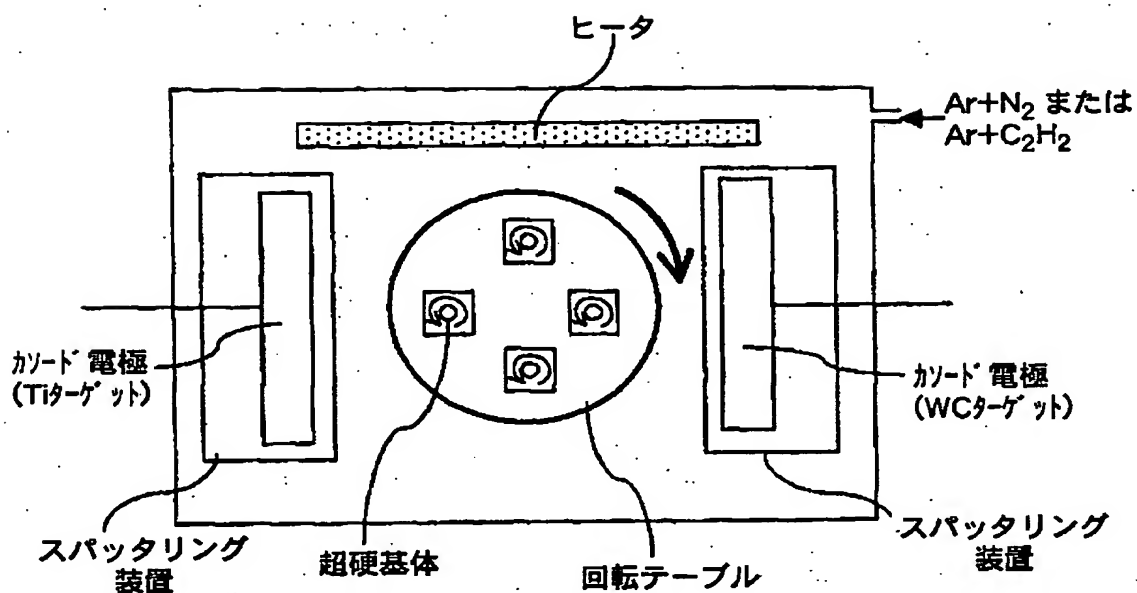
[図4A]



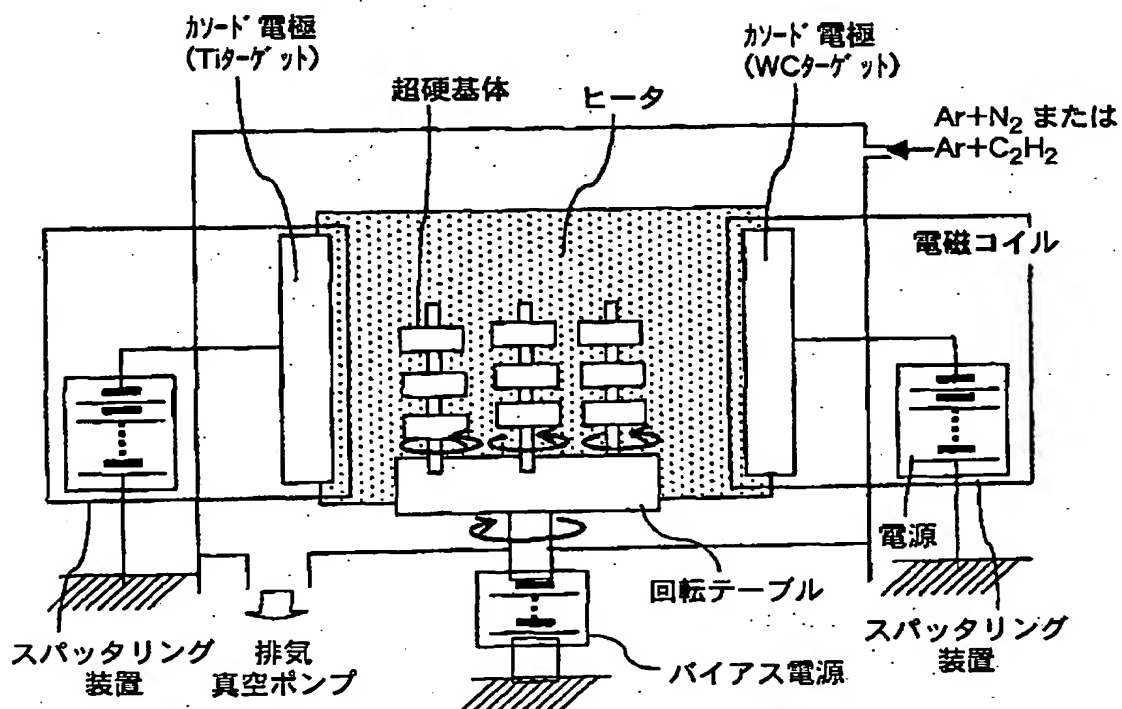
[図4B]



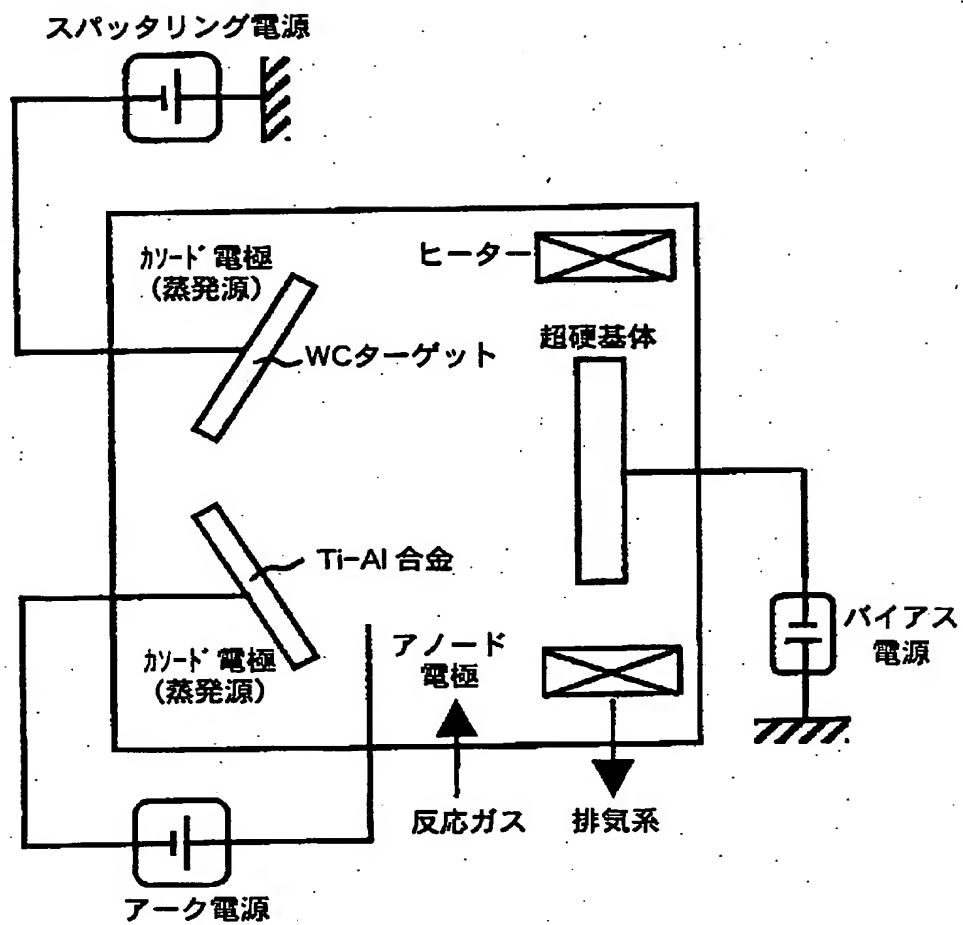
[図5A]



[図5B]



[図6]



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/001208

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> B23B27/14, 51/00, B23C5/16, B23P15/28, C23C14/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> B23B7/14, 51/00, B23C5/16, B23P15/28, C23C14/06

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2001-225412 A (Kabushiki Kaisha Token Samotekku), 21 August, 2001 (21.08.01), Par. No. [0010] (Family: none)	1-14
A	JP 2002-206177 A (Komatsu Ltd.), 26 July, 2002 (26.07.02), Full text (Family: none)	1-14
A	JP 2004-10923 A (Toyota Motor Corp.), 15 January, 2004 (15.01.04), Full text (Family: none)	1-14

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

## \* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
28 April, 2005 (28.04.05)

Date of mailing of the international search report  
17 May, 2005 (17.05.05)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/001208

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2002-235748 A (Koyo Seiko Co., Ltd.), 23 August, 2002 (23.08.02), Full text (Family: none)	1-14
A	JP 2001-316800 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 16 January, 2001 (16.01.01), Full text & US 2001/0024737 A1	1-14
P,A	JP 2004-202587 A (Mitsubishi Materials Corp.), 22 July, 2004 (22.07.04), Full text (Family: none)	1-14
P,A	JP 2005-7559 A (Mitsubishi Materials Corp.), 13 January, 2005 (13.01.05), Full text (Family: none)	1-14

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.<sup>7</sup> B23B27/14, 51/00, B23C5/16, B23P15/28, C23C14/06

## B. 調査を行った分野

## 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.<sup>7</sup> B23B27/14, 51/00, B23C5/16, B23P15/28, C23C14/06

## 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2005年
日本国実用新案登録公報	1996-2005年
日本国登録実用新案公報	1994-2005年

## 国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2001-225412 A (株式会社東研サーモテック) 2001.08.21, 第10段落 (ファミリーなし)	1-14
A	JP 2002-206177 A (株式会社小松製作所) 2002.07.26, 全文 (ファミリーなし)	1-14
A	JP 2004-10923 A (トヨタ自動車株式会社) 2004.01.15, 全文 (ファミリーなし)	1-14

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

28.04.2005

国際調査報告の発送日

17.5.2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

田村 嘉章

電話番号 03-3581-1101 内線 3324

3C

3215

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2002-235748 A (光洋精工株式会社) 2002.08.23, 全文 (ファミリーなし)	1-14
A	JP 2001-316800 A (住友電気工業株式会社) 2001.11.16, 全 文 & US 2001/0024737 A1	1-14
P, A	JP 2004-202587 A (三菱マテリアル株式会社) 2004.07.22, 全文 (ファミリーなし)	1-14
P, A	JP 2005-7559 A (三菱マテリアル株式会社) 2005.01.13, 全 文 (ファミリーなし)	1-14

# PATENT COOPERATION TREATY

## PCT

### INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT ON PATENTABILITY (Chapter I of the Patent Cooperation Treaty)

(PCT Rule 44bis)

Applicant's or agent's file reference PC-9410	<b>FOR FURTHER ACTION</b>		See item 4 below
International application No. PCT/JP2005/001208	International filing date ( <i>day/month/year</i> ) 28 January 2005 (28.01.2005)	Priority date ( <i>day/month/year</i> ) 30 January 2004 (30.01.2004)	
International Patent Classification (8th edition unless older edition indicated) See relevant information in Form PCT/ISA/237			
Applicant MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION			

1.	This international preliminary report on patentability (Chapter I) is issued by the International Bureau on behalf of the International Searching Authority under Rule 44 bis.1(a).		
2.	This REPORT consists of a total of 4 sheets, including this cover sheet.		
	In the attached sheets, any reference to the written opinion of the International Searching Authority should be read as a reference to the international preliminary report on patentability (Chapter I) instead.		
3.	This report contains indications relating to the following items:		
	<input checked="" type="checkbox"/> Box No. I	Basis of the report	
	<input type="checkbox"/> Box No. II	Priority	
	<input type="checkbox"/> Box No. III	Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability	
	<input type="checkbox"/> Box No. IV	Lack of unity of invention	
	<input checked="" type="checkbox"/> Box No. V	Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement	
	<input type="checkbox"/> Box No. VI	Certain documents cited	
	<input type="checkbox"/> Box No. VII	Certain defects in the international application	
	<input type="checkbox"/> Box No. VIII	Certain observations on the international application	
4.	The International Bureau will communicate this report to designated Offices in accordance with Rules 44bis.3(c) and 93bis.1 but not, except where the applicant makes an express request under Article 23(2), before the expiration of 30 months from the priority date (Rule 44bis .2).		

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland  Facsimile No. +41 22 338 82 70	Date of issuance of this report 22 August 2006 (22.08.2006)
	Authorized officer  Yoshiko Kuwahara  e-mail: pt07@wipo.int

# PATENT COOPERATION TREATY

TRANSLATION

From the  
INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY

PCT

WRITTEN OPINION OF THE  
INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY

(PCT Rule 43bis.1)

To:

Date of mailing  
(day/month/year)

Applicant's or agent's file reference

**PC-9410**

**FOR FURTHER ACTION**

See paragraph 2 below

International application No.

**PCT/JP2005/001208**

International filing date (day/month/year)

**28.01.2005**

Priority date (day/month/year)

**30.01.2004**

International Patent Classification (IPC) or both national classification and IPC

Applicant

**MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION**

1. This opinion contains indications relating to the following items:

- ☒ Box No. I Basis of the opinion
- ☐ Box No. II Priority
- ☐ Box No. III Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- ☐ Box No. IV Lack of unity of invention
- ☒ Box No. V Reasoned statement under Rule 43bis.1(a)(i) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- ☐ Box No. VI Certain documents cited
- ☐ Box No. VII Certain defects in the international application
- ☐ Box No. VIII Certain observations on the international application

2. **FURTHER ACTION**

If a demand for international preliminary examination is made, this opinion will be considered to be a written opinion of the International Preliminary Examining Authority ("IPEA") except that this does not apply where the applicant chooses an Authority other than this one to be the IPEA and the chosen IPEA has notified the International Bureau under Rule 66.1bis(b) that written opinions of this International Searching Authority will not be so considered.

If this opinion is, as provided above, considered to be a written opinion of the IPEA, the applicant is invited to submit to the IPEA a written reply together, where appropriate, with amendments, before the expiration of 3 months from the date of mailing of Form PCT/ISA/220 or before the expiration of 22 months from the priority date, whichever expires later.

For further options, see Form PCT/ISA/220.

3. For further details, see notes to Form PCT/ISA/220.

Name and mailing address of the ISA/JP

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

WRITTEN OPINION OF THE  
INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY

International application No.

PCT/JP2005/001208

Box No. I

Basis of this opinion

1. With regard to the language, this opinion has been established on the basis of the international application in the language in which it was filed, unless otherwise indicated under this item.  
☐ This opinion has been established on the basis of a translation from the original language into the following language  
\_\_\_\_\_, which is the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 12.3 and 23.1(b)).
2. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application and necessary to the claimed invention, this opinion has been established on the basis of:
  - a. type of material  
☐ a sequence listing  
☐ table(s) related to the sequence listing
  - b. format of material  
☐ in written format  
☐ in computer readable form
  - c. time of filing/furnishing  
☐ contained in the international application as filed.  
☐ filed together with the international application in computer readable form.  
☐ furnished subsequently to this Authority for the purposes of search.
3. ☐ In addition, in the case that more than one version or copy of a sequence listing and/or table(s) relating thereto has been filed or furnished, the required statements that the information in the subsequent or additional copies is identical to that in the application as filed or does not go beyond the application as filed, as appropriate, were furnished.
4. Additional comments:

**WRITTEN OPINION OF THE  
INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY**

International application No.

PCT/JP2005/001208

**Box No. V** Reasoned statement under Rule 43bis.1(a)(i) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

**1. Statement**

Novelty (N)	Claims <u>1-14</u>	YES
	Claims _____	NO
Inventive step (IS)	Claims <u>1-14</u>	YES
	Claims _____	NO
Industrial applicability (IA)	Claims <u>1-14</u>	YES
	Claims _____	NO

**2. Citations and explanations:**

Document 1: JP, 2001-225412, A (Token Thermo Tech Co., Ltd.), 21 August, 2001 (21.08.01)  
 Document 2: JP, 2002-206177, A (Komatsu Ltd.), 26 July, 2002 (26.07.02)  
 Document 3: JP, 2004-10923, A (TOYOTA MOTOR CORPORATION), 15 January, 2004 (15.01.04)  
 Document 4: JP, 2002-235748, A (Koyo Seiko Co., Ltd.), 23 August, 2002 (23.08.02)  
 Document 5: JP, 2001-316800, A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 16 November, 2001 (16.11.01)

The inventions relevant to claims 1-14 are not described in any of the documents referred to in the ISR and are not self-evident to a person skilled in the art.

# PATENT COOPERATION TREATY

TRANSLATION

From the  
INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY

## PCT

WRITTEN OPINION OF THE  
INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY

(PCT Rule 43bis.1)

To:

Date of mailing  
(day/month/year)

Applicant's or agent's file reference

**PC-9410**

**FOR FURTHER ACTION**

See paragraph 2 below

International application No.

**PCT/JP2005/001208**

International filing date (day/month/year)

**28.01.2005**

Priority date (day/month/year)

**30.01.2004**

International Patent Classification (IPC) or both national classification and IPC

Applicant

**MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION**

1. This opinion contains indications relating to the following items:

- |                                     |              |  |
|-------------------------------------|--------------|--|
| <input checked="" type="checkbox"/> | Box No. I    | Basis of the opinion   |
| <input type="checkbox"/>            | Box No. II   | Priority   |
| <input type="checkbox"/>            | Box No. III  | Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability   |
| <input type="checkbox"/>            | Box No. IV   | Lack of unity of invention   |
| <input checked="" type="checkbox"/> | Box No. V    | Reasoned statement under Rule 43bis.1(a)(i) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement |
| <input type="checkbox"/>            | Box No. VI   | Certain documents cited  |
| <input type="checkbox"/>            | Box No. VII  | Certain defects in the international application   |
| <input type="checkbox"/>            | Box No. VIII | Certain observations on the international application  |

2. **FURTHER ACTION**

If a demand for international preliminary examination is made, this opinion will be considered to be a written opinion of the International Preliminary Examining Authority ("IPEA") except that this does not apply where the applicant chooses an Authority other than this one to be the IPEA and the chosen IPEA has notified the International Bureau under Rule 66.1bis(b) that written opinions of this International Searching Authority will not be so considered.

If this opinion is, as provided above, considered to be a written opinion of the IPEA, the applicant is invited to submit to the IPEA a written reply together, where appropriate, with amendments, before the expiration of 3 months from the date of mailing of Form PCT/ISA/220 or before the expiration of 22 months from the priority date, whichever expires later.

For further options, see Form PCT/ISA/220.

3. For further details, see notes to Form PCT/ISA/220.

Name and mailing address of the ISA/JP

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

WRITTEN OPINION OF THE  
INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY

International application No.

PCT/JP2005/001208

Box No. I

Basis of this opinion

1. With regard to the language, this opinion has been established on the basis of the international application in the language in which it was filed, unless otherwise indicated under this item.  
☐ This opinion has been established on the basis of a translation from the original language into the following language  
\_\_\_\_\_, which is the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 12.3 and 23.1(b)).
2. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application and necessary to the claimed invention, this opinion has been established on the basis of:
  - a. type of material  
☐ a sequence listing  
☐ table(s) related to the sequence listing
  - b. format of material  
☐ in written format  
☐ in computer readable form
  - c. time of filing/furnishing  
☐ contained in the international application as filed.  
☐ filed together with the international application in computer readable form.  
☐ furnished subsequently to this Authority for the purposes of search.
3. ☐ In addition, in the case that more than one version or copy of a sequence listing and/or table(s) relating thereto has been filed or furnished, the required statements that the information in the subsequent or additional copies is identical to that in the application as filed or does not go beyond the application as filed, as appropriate, were furnished.
4. Additional comments:

**WRITTEN OPINION OF THE  
INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY**

International application No.

PCT/JP2005/001208

Box No. V	Reasoned statement under Rule 43bis.1(a)(i) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement		
<b>1. Statement</b>			
Novelty (N)	Claims	1-14	YES
	Claims		NO
Inventive step (IS)	Claims	1-14	YES
	Claims		NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-14	YES
	Claims		NO
<b>2. Citations and explanations:</b>			
<p>Document 1: JP, 2001-225412, A (Token Thermo Tech Co., Ltd.), 21 August, 2001 (21.08.01)</p> <p>Document 2: JP, 2002-206177, A (Komatsu Ltd.), 26 July, 2002 (26.07.02)</p> <p>Document 3: JP, 2004-10923, A (TOYOTA MOTOR CORPORATION), 15 January, 2004 (15.01.04)</p> <p>Document 4: JP, 2002-235748, A (Koyo Seiko Co., Ltd.), 23 August, 2002 (23.08.02)</p> <p>Document 5: JP, 2001-316800, A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 16 November, 2001 (16.11.01)</p> <p>The inventions relevant to claims 1-14 are not described in any of the documents referred to in the ISR and are not self-evident to a person skilled in the art.</p>			

# PATENT COOPERATION TREATY

# PCT

## INTERNATIONAL PRELIMINARY REPORT ON PATENTABILITY (Chapter I of the Patent Cooperation Treaty)

(PCT Rule 44bis)

Applicant's or agent's file reference PC-9410	<b>FOR FURTHER ACTION</b>	See item 4 below
International application No. PCT/JP2005/001208	International filing date ( <i>day/month/year</i> ) 28 January 2005 (28.01.2005)	Priority date ( <i>day/month/year</i> ) 30 January 2004 (30.01.2004)
International Patent Classification (8th edition unless older edition indicated) See relevant information in Form PCT/ISA/237		
Applicant MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION		

1.	This international preliminary report on patentability (Chapter I) is issued by the International Bureau on behalf of the International Searching Authority under Rule 44 bis.1(a).																								
2.	<p>This REPORT consists of a total of 4 sheets, including this cover sheet.</p> <p>In the attached sheets, any reference to the written opinion of the International Searching Authority should be read as a reference to the international preliminary report on patentability (Chapter I) instead.</p>																								
3.	<p>This report contains indications relating to the following items:</p> <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 15%; text-align: center;"><input checked="" type="checkbox"/></td> <td style="width: 35%;">Box No. I</td> <td style="width: 50%;">Basis of the report</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;"><input type="checkbox"/></td> <td>Box No. II</td> <td>Priority</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;"><input type="checkbox"/></td> <td>Box No. III</td> <td>Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;"><input type="checkbox"/></td> <td>Box No. IV</td> <td>Lack of unity of invention</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;"><input checked="" type="checkbox"/></td> <td>Box No. V</td> <td>Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;"><input type="checkbox"/></td> <td>Box No. VI</td> <td>Certain documents cited</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;"><input type="checkbox"/></td> <td>Box No. VII</td> <td>Certain defects in the international application</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;"><input type="checkbox"/></td> <td>Box No. VIII</td> <td>Certain observations on the international application</td> </tr> </table>	<input checked="" type="checkbox"/>	Box No. I	Basis of the report	<input type="checkbox"/>	Box No. II	Priority	<input type="checkbox"/>	Box No. III	Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability	<input type="checkbox"/>	Box No. IV	Lack of unity of invention	<input checked="" type="checkbox"/>	Box No. V	Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement	<input type="checkbox"/>	Box No. VI	Certain documents cited	<input type="checkbox"/>	Box No. VII	Certain defects in the international application	<input type="checkbox"/>	Box No. VIII	Certain observations on the international application
<input checked="" type="checkbox"/>	Box No. I	Basis of the report																							
<input type="checkbox"/>	Box No. II	Priority																							
<input type="checkbox"/>	Box No. III	Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability																							
<input type="checkbox"/>	Box No. IV	Lack of unity of invention																							
<input checked="" type="checkbox"/>	Box No. V	Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement																							
<input type="checkbox"/>	Box No. VI	Certain documents cited																							
<input type="checkbox"/>	Box No. VII	Certain defects in the international application																							
<input type="checkbox"/>	Box No. VIII	Certain observations on the international application																							
4.	The International Bureau will communicate this report to designated Offices in accordance with Rules 44bis.3(c) and 93bis.1 but not, except where the applicant makes an express request under Article 23(2), before the expiration of 30 months from the priority date (Rule 44bis .2).																								

<p>The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland</p> <p>Facsimile No. +41 22 338 82 70</p>	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="padding: 2px;">Date of issuance of this report 31 July 2006 (31.07.2006)</td> </tr> <tr> <td style="padding: 2px;">Authorized officer  Yoshiko Kuwahara</td> </tr> <tr> <td style="padding: 2px;">e-mail: pt07@wipo.int</td> </tr> </table>	Date of issuance of this report 31 July 2006 (31.07.2006)	Authorized officer  Yoshiko Kuwahara	e-mail: pt07@wipo.int
Date of issuance of this report 31 July 2006 (31.07.2006)				
Authorized officer  Yoshiko Kuwahara				
e-mail: pt07@wipo.int				

# 特許協力条約

発信人 日本国特許庁 (国際調査機関)

代理人

志賀 正武

様

あて名

〒104-8453

日本国東京都中央区八重洲2丁目3番1号

REC'D 20 MAY 2005

WIPO

PCT

PCT

国際調査機関の見解書  
(法施行規則第40条の2)  
[PCT規則43の2.1]

発送日  
(日.月.年)

17. 5. 2005

出願人又は代理人

の書類記号 PC-9410

今後の手続きについては、下記2を参照すること。

国際出願番号

PCT/JP2005/001208

国際出願日

(日.月.年) 28. 01. 2005

優先日

(日.月.年) 30. 01. 2004

国際特許分類 (IPC) IntCl<sup>7</sup> B23B27/14, 51/00, B23C5/16, B23P15/28, C23C14/06

出願人 (氏名又は名称)

三菱マテリアル株式会社

1. この見解書は次の内容を含む。

- ☒ 第I欄 見解の基礎
- ☐ 第II欄 優先権
- ☐ 第III欄 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解の不作成
- ☐ 第IV欄 発明の単一性の欠如
- ☒ 第V欄 PCT規則43の2.1(a)(i)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明
- ☐ 第VI欄 ある種の引用文献
- ☐ 第VII欄 国際出願の不備
- ☐ 第VIII欄 国際出願に対する意見

2. 今後の手続き

国際予備審査の請求がされた場合は、出願人がこの国際調査機関とは異なる国際予備審査機関を選択し、かつ、その国際予備審査機関がPCT規66.1の2(b)の規定に基づいて国際調査機関の見解書を国際予備審査機関の見解書とみなさない旨を国際事務局に通知していた場合を除いて、この見解書は国際予備審査機関の最初の見解書とみなされる。

この見解書が上記のように国際予備審査機関の見解書とみなされる場合、様式PCT/ISA/220を送付した日から3月又は優先日から22月のうちいずれか遅く満了する期限が経過するまでに、出願人は国際予備審査機関に、適当な場合は補正書とともに、答弁書を提出することができる。

さらなる選択肢は、様式PCT/ISA/220を参照すること。

3. さらなる詳細は、様式PCT/ISA/220の備考を参照すること。

見解書を作成した日

28. 04. 2005

名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区役が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

田村 嘉章

電話番号 03-3581-1101 内線 3324

3C

3215

様式PCT/ISA/237 (表紙) (2004年1月)

## 第 I 欄 見解の基礎

1. この見解書は、下記に示す場合を除くほか、国際出願の言語を基礎として作成された。

1. ☐ この見解書は、                                 語による翻訳文を基礎として作成した。  
それは国際調査のために提出された PCT 規則 12.3 及び 23.1(b) にいう翻訳文の言語である。

2. この国際出願で開示されかつ請求の範囲に係る発明に不可欠なヌクレオチド又はアミノ酸配列に関して、以下に基づき見解書を作成した。

- a. タイプ            ☐ 配列表  
                      ☐ 配列表に関連するテーブル
- b. フォーマット    ☐ 書面  
                      ☐ コンピュータ読み取り可能な形式
- c. 提出時期        ☐ 出願時の国際出願に含まれる  
                      ☐ この国際出願と共にコンピュータ読み取り可能な形式により提出された  
                      ☐ 出願後に、調査のために、この国際調査機関に提出された

3. ☐ さらに、配列表又は配列表に関連するテーブルを提出した場合に、出願後に提出した配列若しくは追加して提出した配列が出願時に提出した配列と同一である旨、又は、出願時の開示を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

4. 補足意見：

## 第V欄 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についてのPCT規則43の2.1(a)(i)に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

## 1. 見解

新規性 (N)

請求の範囲 1-14

有

請求の範囲

無

進歩性 (IS)

請求の範囲 1-14

有

請求の範囲

無

産業上の利用可能性 (IA)

請求の範囲 1-14

有

請求の範囲

無

## 2. 文献及び説明

文献1 : JP 2001-225412 A (株式会社東研サーモテック) 2001.08.21

文献2 : JP 2002-206177 A (株式会社小松製作所) 2002.07.26

文献3 : JP 2004-10923 A (トヨタ自動車株式会社) 2004.01.15

文献4 : JP 2002-235748 A (光洋精工株式会社) 2002.08.23

文献5 : JP 2001-316800 A (住友電気工業株式会社) 2001.11.16

請求の範囲1-14に係る発明は、国際調査報告に引用されたいずれの文献にも記載されておらず、当業者にとって自明なものでもない。

# 特許協力条約

発信人 日本国特許庁 (国際調査機関)

代理人

志賀 正武

様

あて名

〒104-8453

日本国東京都中央区八重洲2丁目3番1号

REC'D 20 MAY 2005

WIPO

PCT

PCT

国際調査機関の見解書  
(法施行規則第40条の2)  
[PCT規則43の2.1]

発送日  
(日.月.年)

17. 5. 2005

出願人又は代理人

の書類記号 PC-9410

今後の手続きについては、下記2を参照すること。

国際出願番号

PCT/J P 2005/001208

国際出願日

(日.月.年) 28. 01. 2005

優先日

(日.月.年) 30. 01. 2004

国際特許分類 (IPC) IntCl<sup>7</sup> B23B27/14, 51/00, B23C5/16, B23P15/28, C23C14/06

出願人 (氏名又は名称)

三菱マテリアル株式会社

1. この見解書は次の内容を含む。

- ☒ 第I欄 見解の基礎
- ☐ 第II欄 優先権
- ☐ 第III欄 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解の不作成
- ☐ 第IV欄 発明の単一性の欠如
- ☒ 第V欄 PCT規則43の2.1(a)(i)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明
- ☐ 第VI欄 ある種の引用文献
- ☐ 第VII欄 国際出願の不備
- ☐ 第VIII欄 国際出願に対する意見

2. 今後の手続き

国際予備審査の請求がされた場合は、出願人がこの国際調査機関とは異なる国際予備審査機関を選択し、かつ、その国際予備審査機関がPCT規則66.1の2(b)の規定に基づいて国際調査機関の見解書を国際予備審査機関の見解書とみなさない旨を国際事務局に通知していた場合を除いて、この見解書は国際予備審査機関の最初の見解書とみなされる。

この見解書が上記のように国際予備審査機関の見解書とみなされる場合、様式PCT/ISA/220を送付した日から3月又は優先日から22月のうちいずれか遅く満了する期限が経過するまでに、出願人は国際予備審査機関に、適当な場合は補正書とともに、答弁書を提出することができる。

さらなる選択肢は、様式PCT/ISA/220を参照すること。

3. さらなる詳細は、様式PCT/ISA/220の備考を参照すること。

見解書を作成した日

28. 04. 2005

名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

田村 嘉章

電話番号 03-3581-1101 内線 3324

3C

3215

様式PCT/ISA/237 (表紙) (2004年1月)

## 第 I 欄 見解の基礎

1. この見解書は、下記に示す場合を除くほか、国際出願の言語を基礎として作成された。

1. ☐ この見解書は、                     語による翻訳文を基礎として作成した。  
それは国際調査のために提出された PCT 規則 12.3 及び 23.1(b) にいう翻訳文の言語である。

2. この国際出願で開示されかつ請求の範囲に係る発明に不可欠なヌクレオチド又はアミノ酸配列に関して、  
以下に基づき見解書を作成した。

a. タイプ ☐ 配列表

☐ 配列表に関連するテーブル

b. フォーマット ☐ 書面

☐ コンピュータ読み取り可能な形式

c. 提出時期 ☐ 出願時の国際出願に含まれる

☐ この国際出願と共にコンピュータ読み取り可能な形式により提出された

☐ 出願後に、調査のために、この国際調査機関に提出された

3. ☐ さらに、配列表又は配列表に関連するテーブルを提出した場合に、出願後に提出した配列若しくは追加して提出した配列が出願時に提出した配列と同一である旨、又は、出願時の開示を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

4. 補足意見：

## 第V欄 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についてのPCT規則43の2.1(a)(i)に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

## 1. 見解

新規性 (N)

請求の範囲 1-14

有

請求の範囲

無

進歩性 (IS)

請求の範囲 1-14

有

請求の範囲

無

産業上の利用可能性 (IA)

請求の範囲 1-14

有

請求の範囲

無

## 2. 文献及び説明

文献1 : JP 2001-225412 A (株式会社東研サーモテック) 2001.08.21

文献2 : JP 2002-206177 A (株式会社小松製作所) 2002.07.26

文献3 : JP 2004-10923 A (トヨタ自動車株式会社) 2004.01.15

文献4 : JP 2002-235748 A (光洋精工株式会社) 2002.08.23

文献5 : JP 2001-316800 A (住友電気工業株式会社) 2001.11.16

請求の範囲1-14に係る発明は、国際調査報告に引用されたいずれの文献にも記載されておらず、当業者にとって自明なものでもない。

From the INTERNATIONAL BUREAU

**PCT**NOTIFICATION CONCERNING  
SUBMISSION OR TRANSMITTAL  
OF PRIORITY DOCUMENT

(PCT Administrative Instructions, Section 411)

To:

SHIGA, Masatake  
2-3-1, Yaesu, Chuo-ku, Tokyo  
1048453  
JAPON

Date of mailing (day/month/year) 06 April 2005 (06.04.2005)	
Applicant's or agent's file reference PC-9410	<b>IMPORTANT NOTIFICATION</b>
International application No. PCT/JP05/001208	International filing date (day/month/year) 28 January 2005 (28.01.2005)
International publication date (day/month/year)	Priority date (day/month/year) 30 January 2004 (30.01.2004)
Applicant MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION et al	

- By means of this Form, which replaces any previously issued notification concerning submission or transmittal of priority documents, the applicant is hereby notified of the date of receipt by the International Bureau of the priority document(s) relating to all earlier application(s) whose priority is claimed. Unless otherwise indicated by the letters "NR", in the right-hand column or by an asterisk appearing next to a date of receipt, the priority document concerned was submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b).
- (If applicable)* The letters "NR" appearing in the right-hand column denote a priority document which, **on the date of mailing of this Form**, had not yet been received by the International Bureau under Rule 17.1(a) or (b). Where, under Rule 17.1(a), the priority document must be submitted by the applicant to the receiving Office or the International Bureau, but the applicant fails to submit the priority document within the applicable time limit under that Rule, **the attention of the applicant is directed** to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.
- (If applicable)* An asterisk (\*) appearing next to a date of receipt, in the right-hand column, denotes a priority document submitted or transmitted to the International Bureau but not in compliance with Rule 17.1(a) or (b) (the priority document was received after the time limit prescribed in Rule 17.1(a) or the request to prepare and transmit the priority document was submitted to the receiving Office after the applicable time limit under Rule 17.1(b)). Even though the priority document was not furnished in compliance with Rule 17.1(a) or (b), the International Bureau will nevertheless transmit a copy of the document to the designated Offices, for their consideration. In case such a copy is not accepted by the designated Office as the priority document, Rule 17.1(c) provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

<u>Priority date</u>	<u>Priority application No.</u>	<u>Country or regional Office or PCT receiving Office</u>	<u>Date of receipt of priority document</u>
30 January 2004 (30.01.2004)	2004-022535	JP	24 March 2005 (24.03.2005)
17 May 2004 (17.05.2004)	2004-146397	JP	24 March 2005 (24.03.2005)
17 May 2004 (17.05.2004)	2004-146398	JP	24 March 2005 (24.03.2005)
21 July 2004 (21.07.2004)	2004-212896	JP	24 March 2005 (24.03.2005)

The International Bureau of WIPO  
34, chemin des Colombettes  
1211 Geneva 20, Switzerland

Authorized officer

Blanco Patrick

Facsimile No. +41 22 740 14 35

Facsimile No. +41 22 338 90 90

Telephone No. +41 22 338 8702